

537.6 / 7

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLICQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
وزارة التعليم العالي و البحث العلمى  
MINISTERE DEL'ENSEIGNEMENT SUPERIURE  
ET DELA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
جامعة جيجس  
المكتبة المركزية  
رقم الجرد TH.198



**UNIVERSITE DE JIJEL**  
FACULTE DES SCIENCES  
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE



## MEMOIRE

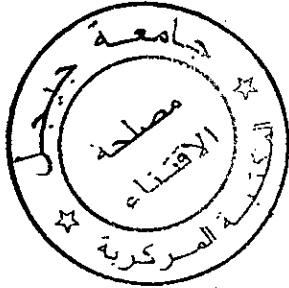
Présenté pour l'obtention du diplôme de magister

en Physique des Matériaux

Option : Semi-conducteur

PAR

Widad HAMOUILLI



## THEME

ETUDE DES PROPRIETES  
ELECTRIQUES ET OPTIQUES  
DU SILICIUM POLYCRISTALLIN

Soutenu le .. /02/ 2008 devant la commission d'examen:

➤ Président :	N. BOUTAOUI	M. C	Univ. de Jijel
➤ Rapporteur :	B. BIROUK	M. C	Univ. de Jijel
➤ Examineurs:	A. AMIRA	M. C	Univ. de Jijel
	Z. TAKKOUK	M. C	Univ. de Jijel

## REMERCIEMENTS

*Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au sein du Laboratoire d'Etude des Matériaux (LEM) à l'université de Jijel et en collaboration avec les laboratoires MOTOROLA de Toulouse (France).*

*Mes remerciements vont tout d'abord à Dieu tout puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'il m'a donné pour terminer ce travail.*

*Je remercie en premier lieu Monsieur Birouk Boubkeur maître de conférence à l'institut d'électronique l'université de Jijel, pour avoir dirigé ce travail et suivi de près et de manière continue cette étude. Sa disponibilité, son soutien, ses encouragements. Et qui à été toujours là au cas de besoin.*

*J'exprime ma profonde reconnaissance à Monsieur Noureddine Boutaoui, maître de conférence, vice-recteur et directeur de la poste graduation à l'université de Jijel, pour l'intérêt qu'il a porté à notre travail et pour l'honneur qu'il nous fait en acceptant la présidence de notre commission d'examen.*

*J'adresse également mes remerciements à Monsieur Amira Abderrezak, maître de conférence à l'université de Jijel, pour m'avoir fait l'honneur de participer au jury de ce travail.*

*J'exprime ma gratitude à Monsieur Takrouk Zahi, maître de conférence à l'université de Jijel, pour avoir accepté de juger ce travail.*

*Je tiens à adresser mes remerciements à Mohammed ELLI, Laurent Vivien et Bouaine Abdelhamid pour l'aide qu'ils m'ont apporté par la documentation.*

*Mes remerciements vont également à Melle Meriche Faiza pour son aide, je lui en exprime toute ma gratitude.*

*Je tiens à adresser mes remerciements à B. Hacene, H. Farid et B. nadir. Ainsi, j'exprime ma gratitude à tous les gens qui m'ont aidé de près ou de loin dans la recherche bibliographique.*

*Je remercie également tous les enseignants de la post-graduation de physique des matériaux 2001/2002 ainsi que mes collègues étudiants de la promotion.*

*Enfin, j'adresse mes plus sincères remerciements à ma famille et en particulier ma mère et mon père qui m'a toujours soutenue et encouragée au cours de la réalisation de ce mémoire.*

## TABLE DES MATIÈRES

	<i>pages</i>
<b>Table des matières</b> .....	<b>i</b>
<b>Table des illustrations</b> .....	<b>vi</b>
<b>Glossaire</b> .....	<b>xi</b>
<b>Introduction Générale</b> .....	<b>1</b>
 <b>Chapitre I : Présentation et méthodes de dépôts des films Si-LPCVD</b>	
<b>Introduction</b> .....	<b>4</b>
<b>I/ Généralités</b> .....	<b>4</b>
I-1/Présentation du silicium polycristallin .....	4
I-2/ Propriétés cristallographiques .....	5
<b>II/ Méthodes de dépôt</b> .....	<b>6</b>
II-1/ Dépôt physique en phase vapeur (PVD).....	7
II-2/ Dépôt chimique en phase vapeur (CVD).....	7
<b>III/ Les techniques basés sur la décomposition chimique en phase vapeur</b> .....	<b>8</b>
III-1/ Déposition chimique en phase vapeur à pression atmosphérique.....	9
III-2/ Déposition chimique en phase vapeur assisté par plasma.....	9
III-3/ Déposition chimique en phase vapeur (CVD) à basse pression.....	10
III-3-1/ Présentation du dépôt chimique en phase vapeur à basse pression.....	10
III-3-2/ Procédure de dépôt des films Si-LPCVD.....	11
III-3-3/ Les avantages de ce réacteur .....	12
III-3-4/ Les inconvénients de ce réacteur .....	13
<b>IV/ Oxydation thermique</b> .....	<b>13</b>
<b>V/ Nucléation des films élaborés par CVD</b> .....	<b>15</b>
V-1/ Modes de nucléation/croissance .....	15
a) Mode Volmer –Weber.....	15
b) Mode Frank Van der Merwe .....	15
c) Mode Stranski-Krastanov .....	15
V-2/ Nucléation 3D .....	16
<b>VI/ Influence des conditions de dépôt sur la structure du poly-silicium</b> .....	<b>17</b>
VI-1/ Influence du dépôt sur sa structure .....	17
VI-2/ Influence du recuit sur sa structure .....	20

VII/ Conclusion.....	22
<b>Chapitre II : Propriétés électriques et optiques des films Si-LPCVD</b>	
<b>Introduction .....</b>	<b>24</b>
<b>I/ Les Propriétés électriques des films Si-LPCVD .....</b>	<b>24</b>
I-1/ Le modèle de piégeage des porteurs .....	24
I-2/ Le modèle de la ségrégation des atomes dopants .....	25
<b>II/ Dopage .....</b>	<b>25</b>
II-1/ Dopage in-situ .....	25
II-2/ La diffusion thermique .....	25
II-3/ L'implantation ionique .....	26
<b>III/ Caractérisation électrique .....</b>	<b>27</b>
III-1/ La résistance carrée .....	27
III-2/ Méthode des quatre pointes .....	28
<b>IV/ La variation de la résistivité du silicium polycristallin .....</b>	<b>30</b>
IV-1/ En fonction du dopage .....	30
IV-2/ En fonction de la température .....	32
<b>V/ Les propriétés optiques des films Si-LPCVD .....</b>	<b>34</b>
V-1/ Définitions de n et de k .....	34
V-2/ Interface Simple .....	34
V-3/ Interfaces multiples.....	35
V- 4/ Détermination des propriétés de film de réflectivité spectrale .....	36
V-5/ Modèles pour n et k .....	37
<b>VI/ Le Filmetrics F20 .....</b>	<b>38</b>
<b>VII/ Les constantes optiques .....</b>	<b>41</b>
VII-1/ Rappels théoriques d'optique ! .....	41
VII-2/ La réflectivité R .....	43
VII-3/ L'indice de réfraction n .....	45
VII-4/ Le Coefficient d'extinction k et le Coefficient d'absorption $\alpha$ .....	46
<b>VIII/ Conclusion .....</b>	<b>48</b>

## Chapitre III : Résultats et discussions

<b>Introduction</b> .....	<b>50</b>
<b>I/ Présentation des films polysilicium déposé par LPCVD</b> .....	<b>50</b>
I-1/ Nettoyage .....	51
a) Dégraissage .....	51
b) Désoxydation .....	51
I-2/ Caractérisation des échantillons étudiés (Si-LPCVD) .....	51
I-3/ Moyens de caractérisation .....	53
<b>II/ Les propriétés structurales, électriques et optiques des films polysilicium déposée par LPCVD</b> .....	<b>53</b>
II-1/ Les propriétés structurales des films étudiés .....	53
II-1-1/ Analyse par La microscopie électronique à balayage (MEB) .....	53
II-1-2/ Analyse par diffraction des rayons X (DRX) .....	56
II-2/ Les propriétés électriques .....	58
II-3/ Les propriétés optiques .....	61
II-3-1/ La réflectivité .....	61
II-3-2/ L'indice de réfraction n et le coefficient d'extinction k .....	68
II-3-3/ Coefficient d'absorption $\alpha$ .....	69
II-4/ Discussion .....	71
<b>III/ Conclusion</b> .....	<b>72</b>
<b>Conclusion générale</b> .....	<b>73</b>
<b>Références bibliographiques</b> .....	<b>75</b>

**Table des illustrations**

<i>Liste des figures</i>	<i>pages</i>
<i>Figure I-1 : Structure granulaire (a) et colonnaire (b) du polysilicium .....</i>	6
<i>Figure I-2 : microstructures granulaire et colonnaire du polysilicium .....</i>	6
<i>Figure I-3 : Représentation des étapes élémentaires d'un dépôt par CVD .....</i>	8
<i>Figure I-4: représentation schématique du four LPCVD .....</i>	12
<i>Figure I-5 : Schéma descriptif d'une plaque de silicium oxydé .....</i>	14
<i>Figure I-6: schéma d'une installation d'oxydation thermique de plaquettes de silicium .....</i>	14
<i>Figure I-7 : Modes de nucléation / croissance d'une couche mince par CVD .....</i>	15
<i>Figure I-8 : Evolution de la densité d'îlots en fonction de la quantité de matière déposée dans un processus de nucléation 3D. Le même type de courbe est obtenu si l'on trace l'évolution de la densité d'îlots en fonction du temps de dépôt .....</i>	16
<i>Figure I-9 : Influence de la température de dépôt sur la proportion de silicium cristallin dans la couche de silicium déposée dans les conditions de pression et de température classiques des dépôts LPCVD .....</i>	18
<i>Figure I-10 : Structure du silicium déposé par CVD en fonction de la température de dépôt et de la pression partielle de silane .....</i>	19
<i>Figure I-11 : Taille des grains du polysilicium implanté bore et recuit à 1000°C en fonction de la température de dépôt .....</i>	20
<i>Figure I-12 : Effet de la température de recuit sur la structure d'un silicium amorphe .....</i>	21
<i>Figure I-13 : Effet de la température de recuit sur la structure d'un polysilicium .....</i>	21
<i>Figure II-1 : effet de la diffusion thermique .....</i>	26
<i>Figure II-2: Implantation ionique sélective (a) et distribution des espèces dopantes en fonction de la profondeur du semiconducteur (b) .....</i>	27
<i>Figure II-3 : Schéma d'une résistance obtenue par diffusion d'impuretés donatrices dans un silicium de type p .....</i>	28
<i>Figure II-4: expérience de mesure de la résistance carrée par la méthode des quatre pointes .....</i>	29
<i>Figure II-5 : Les équipotentielles forment des cylindres dans le cas d'une couche mince et des demi sphères dans le cas d'un échantillon massif .....</i>	29

Figure II-6 : Résistivité du silicium polycristallin dopé a) en bore b) en phosphore (Volklein et Baltes, 1992) .....	30
Figure III-7 : Evolution de la résistivité en fonction du niveau de dopage .....	31
Figure II-8 : Résistivité du silicium polycristallin et monocristallin épitaxie en fonction du dopage .....	32
Figure II-9 : Résistivité du polysilicium en fonction de la température de dépôt .....	33
Figure II-10 : Interface Simple .....	34
Figure II-11 : variation de la réflectivité $R$ , et de l'indice de réfraction $n$ en fonction de la longueur d'onde .....	35
Figure II-12 : Interfaces multiples .....	36
Figure II-13 : variation de la réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour différentes épaisseurs et différentes indices de réfraction .....	36
Figure II-14 : Représentation schématique de modèles pour décrire $n$ et $k$ .....	37
Figure II-15: Ecran principal de FILMeasure .....	39
Figure II-16 : Schéma de principe d'une acquisition avec le système Filmetrics .....	40
Figure II-17 : Dépendance spectrale du coefficient de réflectivité du silicium monocristallin .....	43
Figure II-18 : Spectre de la réflectivité $R$ des polysilicium déposée par LPCVD .....	44
Figure II-19 : Réflectivité d'une couche de $\alpha$ -Si déposée par évaporation sous ultra-vide à haute température .....	44
Figure II-20 : L'indice de réfraction de silicium amorphe après recuit thermique en fonction de la température de dépôt .....	45
Figure II-21 : L'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde pour des films de silicium polycristallin et amorphe .....	45
Figure II-22 : Coefficient d'absorption du silicium monocristallin en fonction de l'énergie des photons incidents .....	46
Figure II-23 : Coefficient d'absorption optique d'un film mince de $\alpha$ -Si déposée par évaporation sous ultra-vide à haute température .....	47
Figure II-24 : coefficient d'absorption de silicium en fonction de la température de dépôt avant et après le recuit à 900 – 1000°C .....	47
Figure III-1 : surface du polysilicium déposée par LPCVD (coupes MEB), (a) $T_d = 520^\circ\text{C}$ , (b) $T_d = 605^\circ\text{C}$ .....	54



<i>Figure III-2 : la rugosité du surface d'un silicium polycristallin déposé par LPCVD</i>	56
<i>Figure III-3 : Spectre DRX d'un échantillon de silicium polycristallin</i> .....	57
<i>Figure III-4 : L'évolution de la résistivité en fonction de la température d'oxydation</i>	59
<i>Figure III-5 : Logarithme <math>\rho</math> en fonction de <math>(1/T)</math></i> .....	61
<i>Figure III-6(a): Evolution du spectre de la réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour la température d'oxydation <math>T_{ox} = 950^{\circ}\text{C}</math></i> .....	62
<i>Figure III-6(b): Evolution du spectre de la réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour la température d'oxydation <math>T_{ox} = 1000^{\circ}\text{C}</math></i> .....	63
<i>Figure III-6(c): Evolution du spectre de la réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour la températures d'oxydation <math>T_{ox} = 1025^{\circ}\text{C}</math></i> .....	64
<i>Figure III-6(d): Evolution du spectre de la réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour la température d'oxydation <math>T_{ox} = 1050^{\circ}\text{C}</math></i> .....	65
<i>Figure III-7: La caractéristique spectrale de réflectivité : (a) pour le silicium monocristallin (m-Si) ; (b) pour le silicium polycristallin (p-Si)</i> .....	66
<i>Figure III-8 : l'évolution de l'indice de réfraction <math>n</math> de coefficient d'extinction <math>k</math> en fonction de la longueur d'onde (nm) des films de silicium polycristallin</i> .....	68
<i>Figure III-9 : La variation de l'indice de réfraction <math>n</math> en fonction de la longueur d'onde d'un film de silicium amorphe</i> .....	69
<i>Figure III-10 : Variations du coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde des films de silicium polycristallin</i> .....	70
<i>Figure III-11 : La variation de coefficient d'extinction <math>k</math>, et de coefficient d'absorption <math>\alpha</math> en fonction de la longueur d'onde d'un film de silicium amorphe</i> .....	71

## Glossaire

---

*poly-Si : Polycrystalline Silicon*

*c-Si : Monocrystalline Silicon*

*a-Si : Amorphous Silicon*

*CVD : Chemical Vapour Deposition*

*PVD : Physical Vapour Deposition*

*APCVD : Atmospheric Pressure Chemical Vapor Deposition*

*PECVD : Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition*

*LPCVD : Low Pressure Chemical Vapor Deposition*

*MOS : Metal Oxide Semiconductor*

*CMOS : Complementary Metal Oxide Semiconductor*

*DRX : X-ray diffraction*

*FPPR : Four Points Probe Résistivity*

*RMS : root mean square*

*MET : microscopie électronique en transmission*

*MEB : microscopie électronique à balayage*

*CI : circuit intégré*

## *Introduction générale*

Parmi les matériaux semiconducteurs, le silicium joue un rôle prépondérant. Son abondance, sa technologie et sa connaissance théorique ont atteint des niveaux inégalés. Cependant, des propriétés électriques et optiques plus performantes, une stabilité à plus haute température et l'existence d'un oxyde stable chimiquement font que le silicium est le matériau le plus utilisé en électronique. En nos jours les chercheurs s'intéressent de plus en plus au silicium polycristallin, et à ses propriétés électriques et optiques en particulier, vu son utilisation dans la technologie de fabrication des circuits intégrés.

La technologie « silicium polycristallin » occupe aujourd'hui une place de plus en plus importante dans le domaine de la micro-électronique. Le silicium polycristallin (polysilicium) est un matériau permettant la réalisation aussi bien d'éléments passifs (résistances dans les mémoires RAM, connexions, etc....) que des dispositifs actifs tels que les transistors à effet de champ en couches minces utilisés dans la fabrication de circuits intégrés. Cependant, ces dernières applications exigent que les films de polysilicium soient dotés de propriétés électriques (mobilité des porteurs de charge, conductivité,...) et structurales (taille de grains, morphologie de surface,...) spécifiques [1-5].

L'étude de l'oxydation de ces matériaux est elle aussi, d'une grande importance car son introduction dans le processus d'élaboration des circuits intégrés a trouvé un large champ d'application dans le monde de l'industrie. Les oxydes thermiques qui se développent sur ces films de polysilicium interviennent comme de couches passivantes à la surface du silicium, de masque d'implantation de diffusion de dopants, de couches sacrificielles permettant d'améliorer les performances et l'intégration des circuits, de grille dans la structure MOS, ect.

Les propriétés des films de silicium dépendent de leur microstructure ; celle-ci est étroitement dépendante des conditions de préparation de ces films. Une compréhension de la relation microstructure – propriétés des matériaux est, par conséquent, essentielle.

Les films de Si-poly, peuvent être élaborés par diverses méthodes de dépôt, mais le procédé le plus utilisé est la décomposition thermique du silane à pression réduite. Bien que le procédé LPCVD permette d'obtenir des couches de silicium polycristallin de qualité supérieure avec des vitesses de croissance relativement élevées, il nécessite d'atteindre des températures élevées au niveau des substrats, ce qui limite le choix de ces derniers.

Dans ce mémoire ; nous présenterons une revue des propriétés structurales, optiques et électriques des films de silicium polycristallin (polysilicium), déposés par la technique LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition), à partir du silane ( $\text{SiH}_4$ ), et très fortement dopé in-situ bore. Ces propriétés s'avèrent étroitement liées à la microstructure de ce dépôt et aux traitements qu'ils subissent.

Dans un premier chapitre, nous allons présenter une description générale de silicium polycristallin. Puis, nous discuterons les différentes méthodes d'élaborations des couches minces par voie chimique, et nous détaillerons pour ce qui concerne la technique LPCVD qui est la technique utilisée pour déposer nos échantillons.

Dans le deuxième chapitre, nous présenterons une revue bibliographique des propriétés électriques et optiques des films Si- LPCVD. La seconde partie de ce chapitre est consacrée à une description des méthode de caractérisation, tel que : la méthode des quatre pointes, le FILMeasure F20. Nous finissons ce chapitre par un sommaire de l'influence des conditions de dépôt (température, pression, dopage...) sur les propriétés électriques et optiques du p-Si dans la littérature.

Dans le dernier chapitre, nous donnerons l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus dans ce travail. Ces résultats seront analysés en vue de déterminer l'influence de la température d'oxydation sur les comportements structuraux, électriques et optiques des films de silicium polycristallin déposés par LPCVD.

The title 'Chapitre I' is presented in a large, ornate, blackletter-style font. It is centered within a decorative rectangular frame that resembles a scroll, with rounded corners and a slight shadow effect. The frame has a small circular detail at the top right corner, suggesting a scroll binding.

# Chapitre I

**Introduction :**

Depuis quelques années, le silicium polycristallin ou polysilicium est très étudié et de nombreuses applications ont été développées pour la conversion de l'énergie solaire et en microélectronique [1, 4, 6].

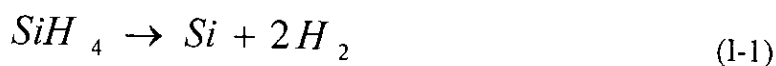
Dans le cadre de la microélectronique, la plupart des travaux de recherche ont été consacrée à l'étude et à la caractérisation des dépôts LPCVD de silicium pour le développement de films polycristallins [7]. Cette politique réductrice a abouti à une connaissance accrue en matière de silicium polycristallin déposé à des températures supérieures à 625°C, mais n'a pas permis une connaissance globale des mécanismes physico-chimiques des dépôts de silicium et/ou des relations entre propriétés des films déposés et paramètres de dépôt [8].

Dans ce chapitre, nous allons présenter le matériau « silicium polycristallin », ensuite ; nous présenterons une description générale sur l'ensemble des méthodes d'élaboration des couches minces par voie chimique. Dans le cas de cette étude nous nous intéressons surtout à la méthode LPCVD qui est le procédé utilisé pour le dépôt de nos échantillons. A partir d'une étude bibliographique sur LPCVD. Nous étudierons également l'effet de la température de dépôt et des traitements thermiques sur la structure (cristallinité et texture), suivi par une revue détaillée des résultats donnés par la littérature.

**I/ Généralités :*****I-1/ Présentation du silicium polycristallin :***

Un polycristal est constitué de grains cristallins, jouissant chacun des mêmes propriétés structurales et électriques que le matériau monocristallin et reliés entre eux par des zones mal cristallisées, appelées joints de grains, comportant un grand nombre de défauts tels que les liaisons déformées ou brisées, les lacunes, les dislocations, les zones désordonnées, les impuretés. Les grains eux-mêmes, peuvent contenir certains de ces défauts.

Le dépôt de polysilicium, est réalisé par pyrolyse (décomposition thermique) du silane ( $\text{SiH}_4$ ) à l'intérieur d'un réacteur à basse pression à une température comprise entre 580°C et 650°C. Ce procédé de pyrolyse, qualifié de Low Pressure Chemical Vapor Deposition (LPCVD), implique la réaction de base suivante : le silane se décompose en silicium et deux molécules d'hydrogène [9-11].



Les gaz utilisés en LPCVD pour déposer du silicium polycristallin dopé bore sont le  $\text{SiH}_4$  (silane) et  $\text{BCl}_3$  (trichlorure de bore). Une autre filière gazeuse, le disilane ( $\text{Si}_2\text{H}_6$ ), utilisé comme nouvelle source gazeuse pour les dépôts de silicium par LPCVD, semble offrir de meilleures potentialités pour réaliser des films à grains plus larges, donc de mobilité plus élevée.

Le dépôt de silicium à partir des gaz silane  $\text{SiH}_4$  et disilane  $\text{Si}_2\text{H}_6$  a été étudié dans le cadre des travaux de Messieurs Philippe Taurines, Juan José Pedroviejo-Poyatos et Eric Campo sous la direction de Madame Danielle Bielle-Daspét et Monsieur Emmanuel Scheid [2] Ils ont permis de définir les paramètres optimaux en matière d'homogénéité de dépôt sur la plaquette. Ces paramètres sont résumés pour les deux filières gazeuses dans le tableau (I-1).

	Filière disilane $\text{Si}_2\text{H}_6$	Filière silane $\text{SiH}_4$
Température de dépôt T ( $^{\circ}\text{C}$ )	42 - 520	520 - 750
Pression de dépôt P (mTorr)	100 - 400	100 - 300

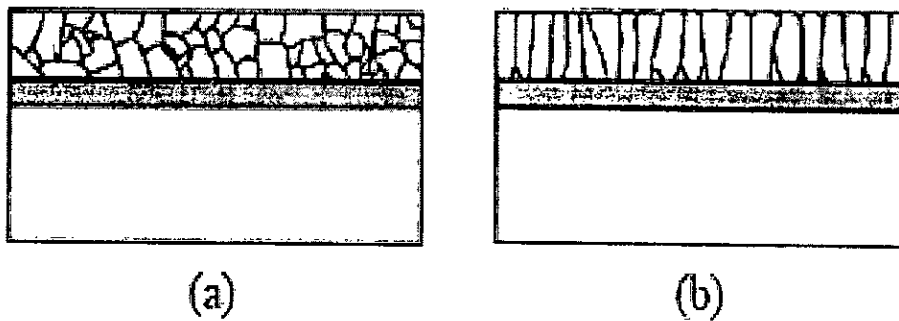
**Tableau (I-1) : paramètres de dépôt pour les filières disilane  $\text{Si}_2\text{H}_6$  et silane  $\text{SiH}_4$  [8].**

### **I-2/ Propriétés cristallographiques :**

L'apparition du polysilicium remonte au début des années 70 afin de remplacer le métal dans la réalisation de grilles de transistors MOS. Il a également été utilisé pour la première fois dans des applications piézorésistives dans les années 70 et comme matériau mécanique dans les années 80 [12].

Le cristal de polysilicium, dont la structure peut être colonnaire ou granulaire (Figure I-1, d'après French et al), est constitué de grains de silicium monocristallin d'orientations cristallines différentes qui sont séparés par des joints de grains [13]. Les grains et les joints de grains sont les sièges de deux types de défauts :

- Les dislocations qui induisent l'apparition de liaisons pendantes électriquement actives.
- Les macles qui peuvent être électriquement actives ou non selon qu'elles se terminent à l'intérieur du grain (apparition de dislocations) ou en surface.



*Figure I-1 : Structure granulaire (a) et colonnaire (b) du polysilicium [12, 14].*

Une étude par microscopie électronique en transmission (MET) a donc été effectuée après le recuit de cristallisation à 600°C pour les deux échantillons suivants :



*Figure I-2 : Microstructures granulaire et colonnaire du polysilicium [8].*

Pour l'échantillon (a), la cristallisation aboutit à un polysilicium caractérisée par une structure granulaire aléatoire. Alors que, pour l'échantillon (b), la cristallisation donne un polysilicium caractérisé par une structure colonnaire (figure I-2).

## **II/ Méthodes de dépôt :**

Dans la technologie semiconducteur, le dépôt de matériaux en couche mince est une étape très importante dans la réalisation des circuits intégrés. La nature du matériau à déposer dépend de la fonction à remplir [15].

Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour déposer des matériaux en couche mince, Les plus utilisées sont :



- Dépôt physique en phase vapeur (PVD).
- Dépôt chimique en phase vapeur (CVD).

Les propriétés physiques et électriques des films déposés dépendent énormément de la Technique utilisée pour leur fabrication [15].

### ***II-1/ Dépôt physique en phase vapeur (PVD) :***

Les métaux sont déposés le plus souvent par dépôt physique en phase vapeur. Le matériau à déposer provient d'une source solide portée à haute température sous vide. Le chauffage est obtenu par effet joule ou par bombardement électronique. Les atomes évaporés sont transportés de la source au substrat sur lequel ils vont se condenser pour former un film métallique. Le vide doit être de l'ordre de quelques 10 Pa, pour que les atomes évaporés aient un chemin libre de collisions jusqu'au substrat [15].

### ***II-2/ Dépôt chimique en phase vapeur (CVD) :***

Dans la pratique, le dépôt chimique à partir d'une phase gazeuse consiste à introduire dans une enceinte de dépôt un mélange de composés gazeux, précurseurs du matériau à déposer, qui vont réagir sur un substrat. Le résultat de ces réactions chimiques est le dépôt d'une phase solide à la surface du substrat et la production de résidus gazeux, qui sont évacués hors de l'enceinte [16].

L'ensemble des étapes élémentaires qui peuvent intervenir lors d'un procédé de dépôt chimique en phase vapeur peut être décrit par la séquence suivante (figure I-3) :

- Transport de la matière dans la phase gazeuse depuis l'entrée du réacteur jusqu'à proximité du substrat.
- Réactions chimiques en phase gazeuse conduisant à la formation de précurseurs et de résidus.
- Transport de ces précurseurs jusqu'à la surface du substrat.
- Adsorption des précurseurs sur la surface du substrat.
- Diffusion des précurseurs à la surface jusqu'au site de croissance.
- Incorporation du ou des constituants dans le film en croissance.
- Désorption des produits de la réaction.
- Transport des produits de la réaction depuis le substrat jusqu'à l'extraction du réacteur.

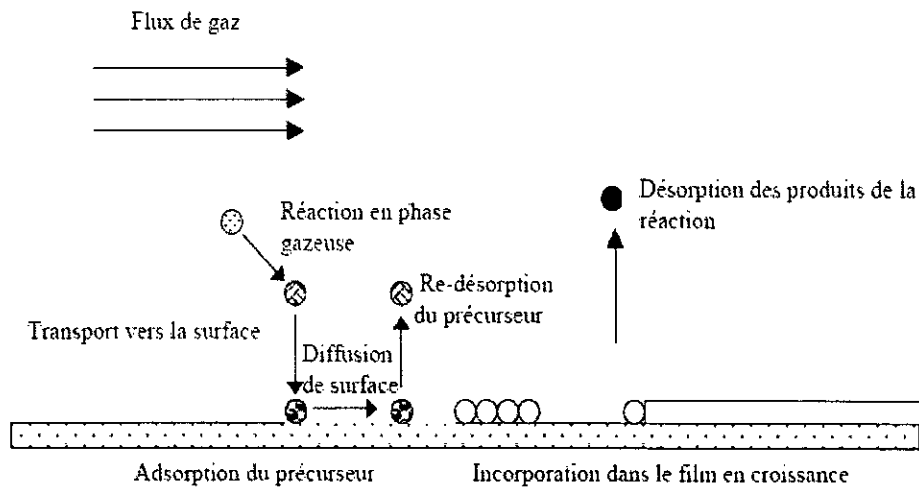


Figure I-3 : Représentation des étapes élémentaires d'un dépôt par CVD [16]

### III/ Les techniques basés sur la décomposition chimique en phase vapeur :

Le dépôt chimique en phase vapeur ou CVD (Chemical Vapor Deposition) est un procédé par lequel un film solide est synthétisé par une réaction chimique à partir de la phase gazeuse [15].

Les couches minces peuvent être déposées par différentes techniques CVD. Ces techniques peuvent être définies comme un procédé dans lequel des gaz réactifs réagissent à la surface du substrat, portée à une température bien définie, pour former un film solide à sa surface. L'avantage de cette technique est sa capacité à fabriquer différents matériaux en couches minces ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , poly-Si) sur différents substrats autres que le silicium et à des températures relativement basses. Les techniques de déposition les plus utilisées sont :

- Déposition chimique en phase vapeur à basse pression (**LPCVD** ou Low Pressure CVD).
- Déposition chimique en phase vapeur assisté par plasma (**PECVD** ou Plasma Enhanced CVD).
- Déposition chimique en phase vapeur à pression atmosphérique (**APCVD** ou Atmospheric Pressure CVD).

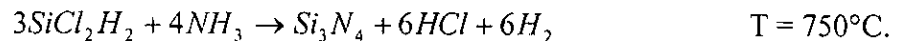
Le choix de la technique dépend de plusieurs paramètres : qualité des films à déposer, température de dépôt, compatibilité avec les structures déjà présentes sur le substrat, etc [15].

Les matériaux en couches minces les plus couramment utilisés dans la technologie semiconducteur sont :

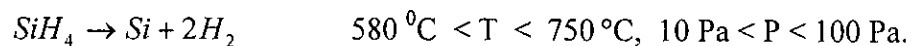
- Oxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) à basse température (350–450°C) et à pression atmosphérique:



- Nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) à basse pression :



- Silicium polycristallin ou polysilicium :



### ***III-1/ Déposition chimique en phase vapeur à pression atmosphérique (APCVD) :***

Cette technique a été utilisée à l'origine pour des dépôts CVD de semi-conducteurs, surtout à des températures très élevées autour de 1000°C. Plus que pour le dépôt du silicium polycristallin ou amorphe, cette méthode était employée pour la croissance épitaxiale des couches de silicium, ce qui est possible même à des températures autour de 600°C. Dans le domaine de fabrication de couches amorphes à environ 600°C, les vitesses atteignent environ 5–10 Å/s. Pour déposer directement du matériau polycristallin, la température doit être au dessus de 680 °C, ce qui n'est plus compatible avec des substrats de verre.

Dans l'industrie, l'APCVD a été largement remplacée par les dépôts à basse pression, car, dans ce cas, les espèces réactives diffusent plus rapidement, l'uniformité des dépôts s'en trouve améliorée. À des très hautes températures on profite d'ailleurs aussi d'une meilleure diffusion des espèces réactives dans le gaz à des pressions plus basses, ce qui accélère la croissance des couches [17].

### ***III-2/ Déposition chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD) :***

Le procédé PECVD quant à lui, a été développé pour le dépôt des films du poly-Si à basse température et avec de grandes vitesses de dépôt en choisissant les paramètres de la décharge qui permettent d'atteindre un état d'équilibre chimique au voisinage de l'interface plasma-solide. On tend vers cet état d'équilibre lorsque le taux de dilution du silane dans l'hydrogène est important (1–3%), cela facilite la formation de germes cristallins stables nécessaires à la croissance de la couche polycristalline. Pour des films de poly-Si de 100–200 nm d'épaisseur, la taille moyenne des grains est de l'ordre de 6–8 nm ; la mobilité effective

des porteurs, mesurée par effet Hall, est de  $10 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  et la hauteur de la barrière de potentiel aux joints de grains est de 40–100 meV. Cependant, cette technique présente le même problème de limitation du nombre de plaquettes utilisables pendant le même cycle de dépôt que la méthode APCVD [1].

### *III-3/ Déposition chimique en phase vapeur à basse pression (LPCVD) :*

#### *III-3-1/ Présentation du dépôt chimique en phase vapeur sous basse pression LPCVD :*

Le polysilicium se dépose par CVD (Chemical Vapour Deposition): APCVD (Atmospheric Pressure CVD) ou PECVD (Plasma Enhanced CVD), mais c'est le LPCVD (Low Pressure CVD) qui est le plus souvent utilisé [12, 14, 18].

Le dépôt chimique en phase vapeur sous basse pression est aujourd'hui un des procédés clés du développement des matériaux en microélectronique. Dans ce secteur, les exigences industrielles en termes de productivité et de qualité deviennent toujours plus draconiennes. Or, il est maintenant établi que les propriétés d'usage des films LPCVD sont gouvernées par leur microstructure et leur stoechiométrie, ces caractéristiques étant elles-mêmes étroitement liées à l'agencement interne des équipements industriels et aux conditions opératoires de dépôt. De nombreux articles ont ainsi été consacrés à l'étude des films LPCVD issus de la filière silicium : silicium intrinsèque ou dopé, oxyde de silicium  $\text{SiO}_2$ , nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , oxynitrure de silicium  $\text{SiO}_x\text{N}_y$ ,...

La grande majorité des études est généralement dédiée à la mise au point et à l'optimisation du procédé LPCVD pour une application spécifique donnée. Cette spécialisation permet le développement rapide d'applications industrielles, mais les corrélations empiriques établies ne sont généralement valables que pour l'équipement étudié, ne reflètent pas la nature réelle des phénomènes physico-chimiques impliqués et ne permettent donc pas une compréhension globale des mécanismes de dépôt et/ou des propriétés des films déposés [8].

Le procédé de dépôt chimique en phase vapeur sous basse pression LPCVD met en présence un ou plusieurs substrats avec des gaz réactifs spécifiques. Pour des conditions de température et de pression données, le mélange gazeux subit un ensemble de transformations chimiques qui aboutit à la formation d'une couche solide à la surface des substrats [1].

*III-3-2/ Procédure de dépôt des films Si-LPCVD :*

La compréhension des mécanismes de dépôt LPCVD est particulièrement complexe car elle nécessite la prise en compte simultanée des lois de la chimie [8]. En fait, le dépôt LPCVD est régi principalement par le transport des réactifs gazeux vers la surface et par la réaction chimique qui en suit. Deux cas peuvent ainsi être distingués.

- Premièrement, la vitesse de transport des réactifs gazeux est très supérieure à la vitesse de réaction chimique. La cinétique de dépôt est alors contrôlée par la réaction chimique de surface activée thermiquement. La vitesse de dépôt dépend ainsi uniquement des conditions de température et de pression. Ce sont là les conditions généralement recherchées en matière de dépôt LPCVD.
- Deuxièmement, la vitesse de transport des réactifs gazeux est très inférieure à la vitesse de réaction chimique, la cinétique de dépôt est alors contrôlée par le transport des réactifs gazeux. La vitesse de dépôt va ainsi dépendre des débits de gaz et des coordonnées spatiales à l'intérieur du four. Ces conditions opératoires sont finalement responsables d'hétérogénéités de dépôt.

Les dépôts ont été effectués dans un bâti de dépôt en phase vapeur sous basse pression regroupant trois fours horizontaux. (Figure : I-4).

Les films LPCVD ont été déposés sur des substrats de silicium, oxydés (de  $\text{SiO}_2$ ) ou non selon les cas. Les plaquettes sont positionnées verticalement sur une nacelle en quartz, leur face polie tournée vers l'avant pour recevoir le flux des gaz. L'écartement entre plaquettes est choisi constant afin d'avoir une bonne homogénéité de dépôt le long de la charge. Six plaquette-écrans, trois à l'avant et trois à l'arrière de la nacelle, permettent de s'affranchir de l'influence des zones d'entrée et de sortie du tube de dépôt [8].

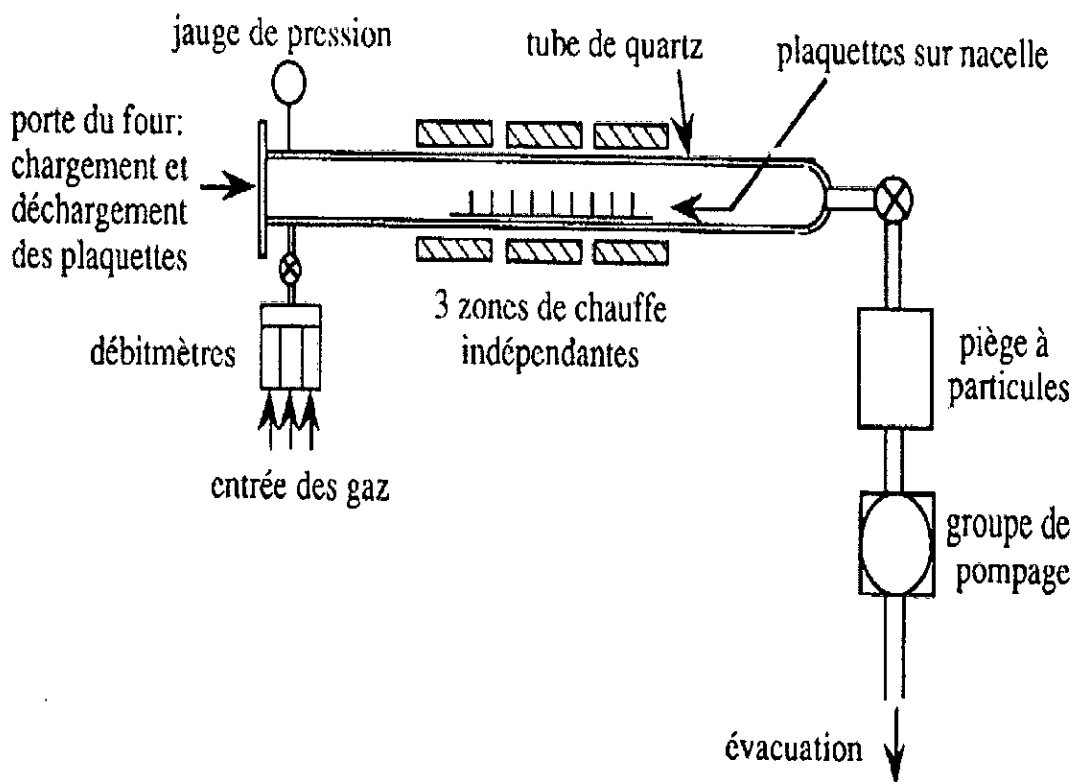


Figure I-4 : Représentation schématique du four LPCVD [19-20].

### III-3-3/ Les avantages de ce réacteur :

- Les gaz réactifs n'entrent en contact qu'avec les substrats d'où une bonne homogénéité des épaisseurs de dépôts.
- L'élimination de la zone stagnante entre deux plaquettes rend l'enchaînement plus facile de plusieurs opérations de dépôt sans interruption.
- Contrôle fin des températures.
- Traitement simultané d'un nombre élevé de plaquettes en une seule opération, une surface totale de 150 m<sup>2</sup> peut être envisagée.
- Réalisation d'un modèle réduit permettant une approche expérimentale plus rapide et moins coûteuse (réacteur secteur) [21].

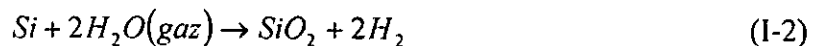
*III-3-4/ Les inconvénients de ce réacteur :*

- L'épuisement des gaz réactifs le long de la charge. Ce problème a fait l'objet de solutions plus ou moins efficaces telles que l'injection de gaz tout le long de la charge ou de créer un profil de température le long de la charge afin de compenser la chute de la concentration de gaz par une augmentation de la vitesse de réaction.
- La difficulté d'exécuter plusieurs dépôts à la suite car le temps de diffusion des gaz dans l'espace inter-plaquettes introduit des périodes de transition non négligeables [12].

*IV/ Oxydation thermique :*

L'oxydation thermique est la méthode permettant d'obtenir des films d'oxyde de très bonne qualité. La voie d'oxydation est réservée au silicium. Ce matériau a en effet un excellent oxyde : la silice ou oxyde de silicium  $\text{SiO}_2$  qui, s'il est bien préparé, a toutes les propriétés mentionnées auparavant. L'oxydation du silicium consiste à oxyder le silicium depuis sa surface. L'opération s'effectue thermiquement en plaçant des substrats de silicium dans un four porté à des températures de l'ordre de  $1000^\circ\text{C}$  pendant un certain temps dépendant de l'épaisseur de la couche d'oxyde désirée. Suivant la nature du gaz introduit dans le four nous avons [15, 22] :

- Oxydation humide où le gaz est la vapeur d' $\text{H}_2\text{O}$  :



- Oxydation sèche où le gaz est l'oxygène  $\text{O}_2$  :



La réaction d'oxydation se produit à l'interface Si-SiO<sub>2</sub>. Au début, l'épaisseur de la couche d'oxyde est une fonction linéaire du temps. A partir d'une certaine épaisseur d'oxyde de l'ordre de quelques nm environ, l'oxydation est limitée par la diffusion à travers la couche d'oxyde déjà formée et l'épaisseur de la couche devient proportionnelle à la racine carrée du temps. Durant l'oxydation, une partie du silicium est consommée comme représenté sur la

figure : I-5, selon la relation suivante :  $\frac{d_{\text{si}}}{d_{\text{ox}}} = 0.44$

$d_{\text{si}}$  : épaisseur consommée de Si et  $d_{\text{ox}}$  : épaisseur totale de l'oxyde.

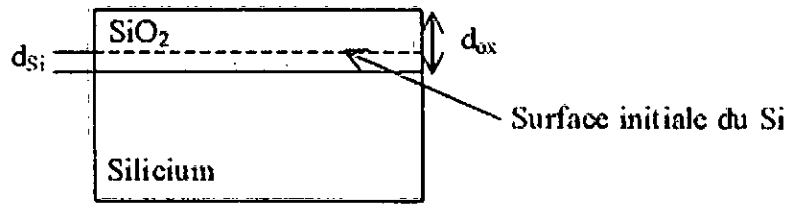


Figure I-5 : Schéma descriptif d'une plaque de silicium oxydée.

L'oxydation thermique est obtenue dans un four chauffé dans lequel les plaquettes de silicium, maintenues debout dans un tube de quartz, sont portées à des températures de 900°C à 1200°C. Un gaz responsable de l'oxydation est envoyé dans le four. Ce gaz peut être de l'oxygène et c'est l'oxydation sèche ou de la vapeur d'eau et c'est l'oxydation humide. La figure : I-6, montre le schéma d'une installation d'oxydation thermique.

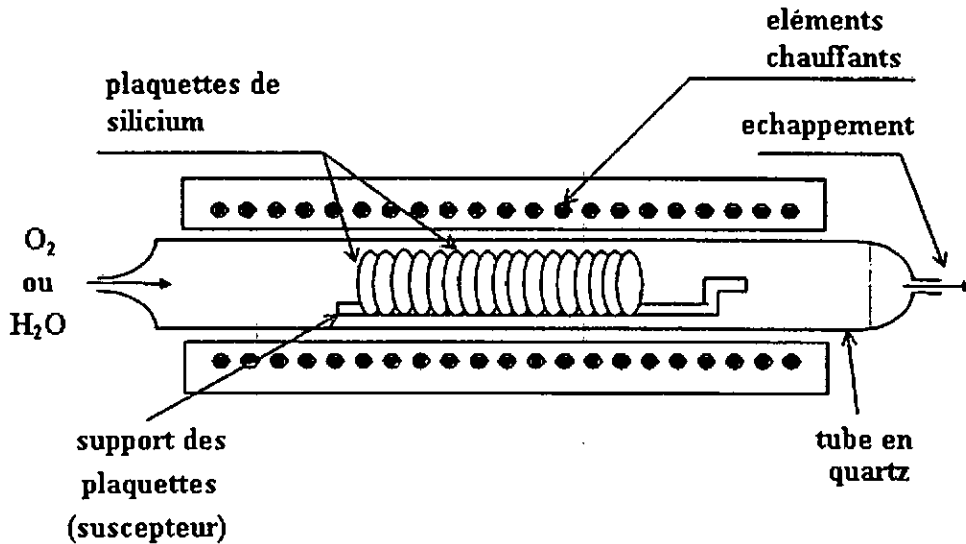


Figure I-6: Schéma d'une installation d'oxydation thermique de plaquettes de silicium.



## V/ Nucléation des films élaborés par CVD :

### V-1/ Modes de nucléation/croissance :

Il existe trois modes principaux de nucléation des couches minces [16]. Ils sont représentés schématiquement sur la figure : I-7.

#### a) Mode Volmer-Weber (appelé aussi mode tridimensionnel ou 3D) :

De petits groupes d'atomes ou "clusters" nucléent à la surface du substrat et croissent jusqu'à la coalescence pour former une couche continue. Ce type de croissance se produit lorsque les éléments déposés ont plus d'affinités entre eux qu'avec le substrat.

#### b) Mode Frank Van der Merwe (ou 2D) :

La croissance se déroule couche par couche. Ce type de croissance se produit lorsque les liaisons entre les éléments déposés sont aussi ou plus fortes qu'avec le substrat.

#### c) Mode Stranski-Krastanov :

C'est une combinaison des deux modes cités ci-dessus. Après le dépôt d'une ou quelques monocouches, la croissance change de mode et passe en mode 3D. Cette transition 2D-3D est due à une libération de l'énergie élastique emmagasinée dans la couche.

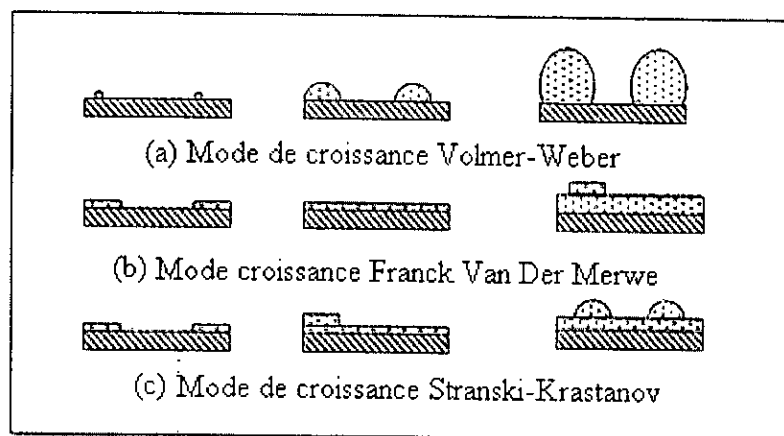


Figure I-7 : Modes de nucléation / croissance d'une couche mince par CVD [16].

## V-2/ Nucléation 3D :

Au premier stade de la croissance d'une couche, il y a formation de germes ou "clusters" de taille critique. Ils peuvent être initiés par la fixation d'un ou de quelques atomes sur des sites réactifs à la surface du substrat : défauts, impuretés, marches atomiques. Ensuite, ces germes croissent sous forme d'îlots, grâce au flux continu de matière arrivant à la surface depuis la phase gazeuse. De nouveaux germes nucléent et croissent jusqu'à la saturation de la surface, c'est-à-dire jusqu'au moment où les îlots commencent à se toucher. Ainsi, si l'on trace l'évolution de la densité d'îlots en fonction de la quantité de matière déposée (ou du temps de dépôt), on obtient une courbe caractéristique d'un processus de nucléation-croissance 3D représentée sur la figure : I-8. Dans une première phase, la densité d'îlots augmente jusqu'à leur coalescence. On remarque que la vitesse de nucléation décroît au fur et à mesure que de la matière est déposée. En effet, plus il y a d'îlots présents à la surface du substrat, moins la surface "libre" pour la formation de nouveaux germes est importante. Si le dépôt se poursuit, on atteint la densité maximale d'îlots qui correspond à la saturation de la surface. Ensuite, la densité d'îlots diminue car ils coalescent.

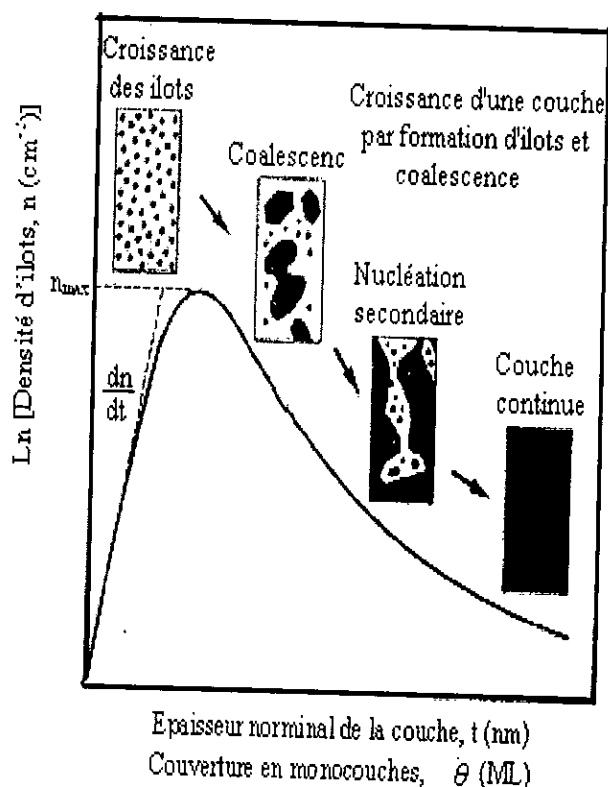


Figure I-8 : Evolution de la densité d'îlots en fonction de la quantité de matière déposée dans un processus de nucléation 3D [16].

## VI/ Influence des conditions de dépôt sur la structure du polysilicium :

### VI-1/ Influence du dépôt sur sa structure :

Pour déterminer les conditions de pression et de température de l'élaboration des films de silicium polycristallin (p-Si), nous sommes donc partis des travaux sur l'influence des conditions expérimentales sur la structure des films de polysilicium.

Dans le cas général, la structure d'un film élaboré par CVD dépend du rapport des vitesses de dépôt ( $V_{\text{dép}}$ ) et de cristallisation ( $V_{\text{crist}}$ ). En effet, si  $V_{\text{dép}}$  est supérieure à  $V_{\text{crist}}$ , la couche déposée sera majoritairement amorphe. Cela se produit dans le cas d'un dépôt avec un fort apport de matière (forte pression partielle du précurseur) et une faible température.

De façon imagée, on peut dire que les atomes déposés à l'interface de croissance sont ensevelis par de nouveaux atomes provenant de la phase gazeuse avant d'avoir eu le temps de "s'arranger" sous forme cristalline. Au contraire, si  $V_{\text{crist}}$  est supérieure à  $V_{\text{dép}}$ , la couche déposée sera majoritairement cristalline, ce qui se produit quand l'apport de matière est faible et la température élevée. Ainsi, la structure de la couche déposée dépend du couple pression/température auquel est fait le dépôt, et un changement de structure peut être obtenu en faisant varier l'un de ces deux paramètres.

La vitesse de croissance (dépôt) en fonction de l'inverse de la température de dépôt est donnée par la relation suivante:

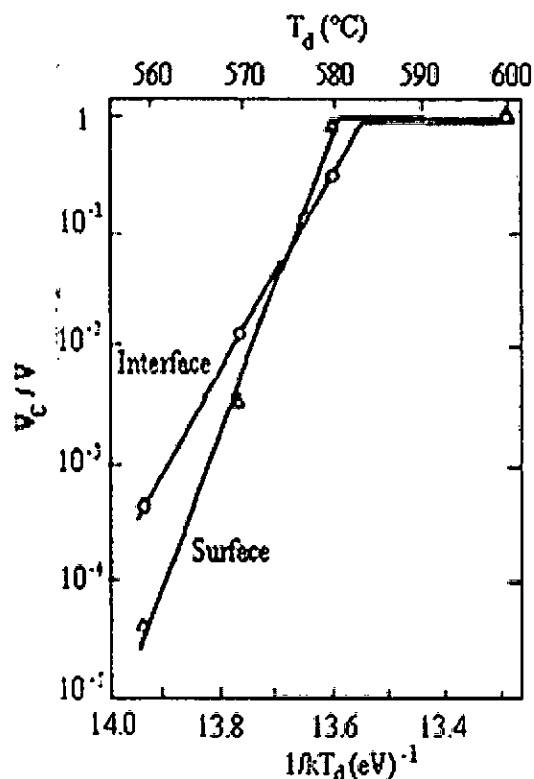
$$V = V_0 \exp\left(-\frac{E_a}{kT}\right) \quad (I-4)$$

Où  $V_0$  est une constante dépendant des conditions expérimentales,  $E_a$  (eV) est l'énergie d'activation (Avec  $E_a(\text{SiH}_4) \approx 1,5$  eV et  $E_a(\text{Si}_2\text{H}_6) \approx 2.25$  eV),  $k$  la constante de Boltzmann ( $1,38 \times 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$ ), et  $T$  (K) la température du substrat [8, 16].

Le polysilicium est généralement déposé à des températures variant entre 560°C et 650°C et des pressions comprises entre 0.01 et 1.0 Torr [16, 23]. Dans ces domaines de température et de pression, la structure du film de silicium varie fortement avec les conditions expérimentales car la température de transition amorphe/cristallin du silicium déposé par LPCVD est autour de 580°C.

La figure : I-9, présente l'évolution de la proportion de silicium cristallin en fonction de la température de dépôt. Comme attendu, plus la température de dépôt est élevée, plus la proportion de silicium cristallin est importante. La couche est entièrement cristalline pour des températures de dépôt supérieures à  $\approx 580^\circ\text{C}$ . Les résultats montrent aussi une variation de la cristallinité dans l'épaisseur de la couche de silicium déposée. Kinsborn et al ont montré par des études TEM que le silicium proche de l'interface avec le substrat a une proportion de silicium cristallisé plus importante. Dans leur étude, les couches de silicium déposées sont épaisses et les auteurs attribuent la formation des cristaux à l'interface au fait qu'elle a été recuite pendant toute la durée du dépôt, contrairement à la surface par exemple.

Dans la gamme de température classique du dépôt de silicium, le régime de croissance est cinétique. La vitesse de dépôt est donc contrôlée par la cinétique de la réaction la plus lente du mécanisme de dépôt décrit précédemment et suit donc, une loi d' Arrhénius.



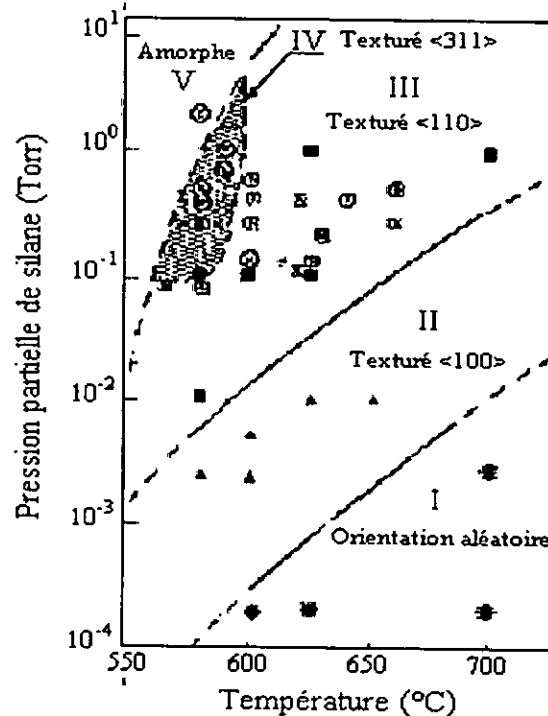
**Figure I-9 : Influence de la température de dépôt sur la proportion de silicium cristallin dans la couche de silicium déposée dans les conditions de pression et de température classiques des dépôts LPCVD [16].**

La pression de dépôt a aussi une forte influence sur la structure du polysilicium déposé par CVD. La figure : I-10, présente une synthèse des travaux décrits dans la littérature sur l'influence de la température et de la pression partielle de silane sur la structure du silicium déposé. La texture du silicium polycristallin varie avec les conditions de dépôt [16].

Comme attendu, la phase amorphe est obtenue pour des basses températures de dépôt et de hautes pressions partielles de  $\text{SiH}_4$ . Par des mesures de diffraction X, ces auteurs montrent aussi que la taille des cristallites dans le polysilicium :

- Augmente lorsque que la température de dépôt augmente.
- Diminue lorsque la pression partielle de silane diminue.

Cela est cohérent avec les explications présentées précédemment.



*Figure I-10 : Structure du silicium déposé par CVD en fonction de la température de dépôt et de la pression partielle de silane [16].*

### VI-2/ Influence du recuit sur sa structure :

Le régime de dépôt du polysilicium dépend des conditions technologiques d'élaboration : pression, débit, température [12]. En fonction de la température de dépôt, on distingue deux types de dépôts séparés par une température de transition  $T_t$  dont la valeur varie selon que le polysilicium soit déposé dopé ou non et, dans le premier cas, selon le niveau de dopage (figure : I-11). Par contre, elle ne dépend pas du type de gaz utilisé.

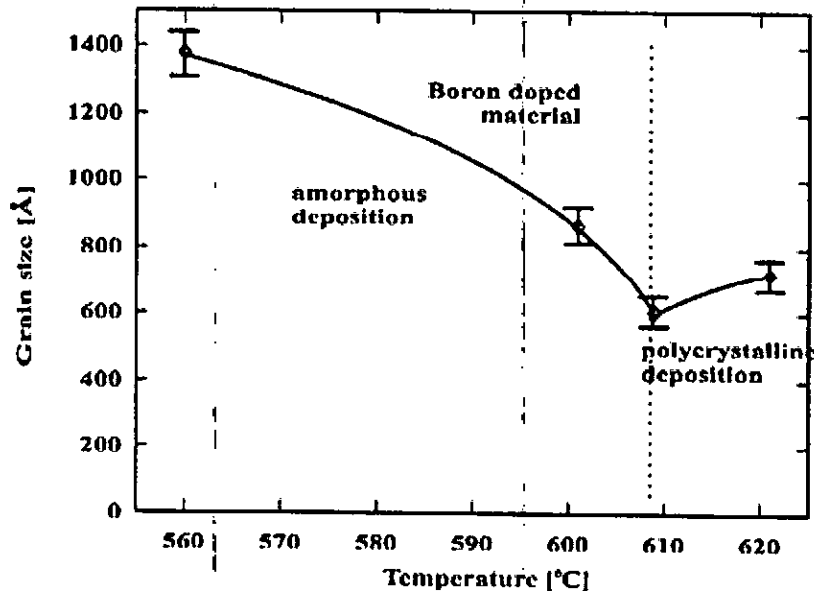


Figure I-11 : Taille des grains du polysilicium implanté bore et recuit à 1000°C en fonction de la température de dépôt [12,14].

Le recuit d'activation revêt une importance particulière pour que la couche amorphe prenne l'orientation cristalline des grains adjacents et se réduise. Ainsi, le polysilicium obtenu par cristallisation en phase solide du silicium amorphe présente des grains de taille nettement supérieure à celle du polysilicium obtenu directement par dépôt.

De même, un dépôt amorphe, après cristallisation, permet d'obtenir une rugosité plus faible et un meilleur champ de claquage par rapport à un dépôt polycristallin. Une rugosité excessive de l'interface polysilicium/oxyde contribue à une variation du champ électrique local et à un abaissement de la hauteur de barrière, ce qui facilite la conduction à travers l'isolant [12].

Les figures (I-12, I-13) montrent l'évolution de la texture d'une couche de silicium amorphe et polycristallin en fonction de la température de recuit.

Le changement de la structure des films de silicium polycristallin est très faible pour des températures de recuit allant de 800°C à 1000°C (figure : I-12) par contre au dessus de 1000°C, l'intensité de l'orientation <110> décroît brusquement à cause de la croissance significative de la taille des grains [21, 24-25].

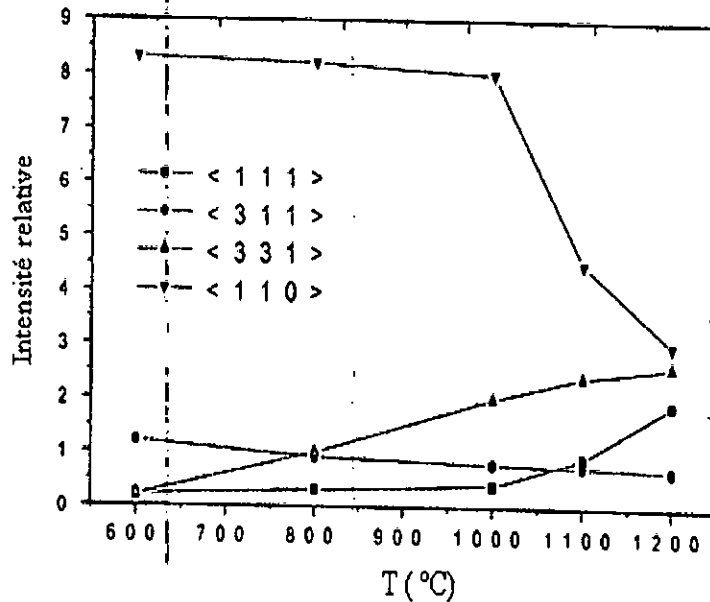


Figure I-12 : Effet de la température de recuit sur la structure d'un silicium amorphe [18].

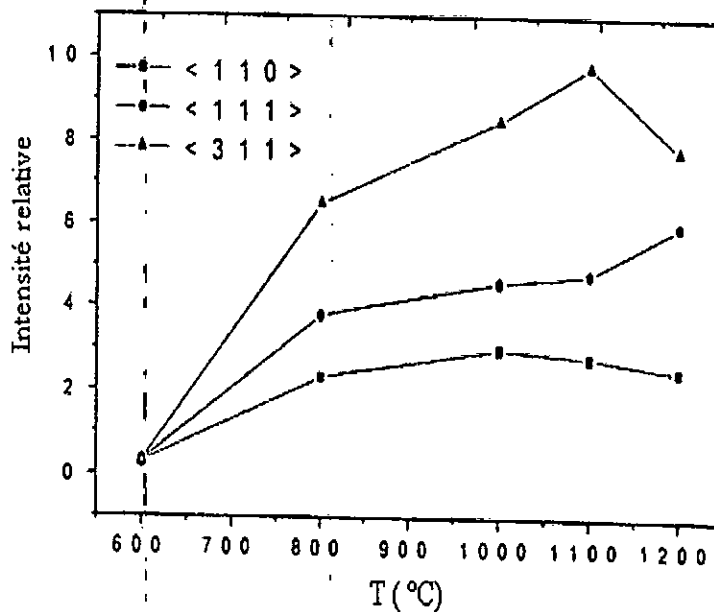


Figure I-13 : Effet de la température de recuit sur la structure d'un polysilicium [18].

## VII/ Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons présenté le matériau « silicium polycristallin ». Ainsi, nous avons montré l'effets de la température de dépôts et des traitements thermiques sur la structure (cristallinité et texture), suivi par une revue détaillée des résultats donnés par la littérature. Nous pouvons conclure que la structure des films Si-LPCVD est :

- Amorphe pour une température de dépôt  $T_d < 580^\circ\text{C}$  et une pression supérieure ou égale à 0.1 torr.
- Mixte (quasi-amorphe) pour  $T_d$  variant de  $580^\circ\text{C}$  à  $620^\circ\text{C}$ .
- Totalement polycristalline pour  $T_d > 620^\circ\text{C}$  et une pression inférieure à 0.1 torr.

Par conséquent, on peut dire que la température de dépôt est l'un des paramètres modificateur des propriétés structurales des films Si-LPCVD.





# Chapitre III

## Introduction :

Le silicium polycristallin (poly-Si) est très utilisé en microélectronique à des propriétés très adaptées à cet usage, mais elles dépendent fortement des caractéristiques du matériau. Il a été un important matériau en technologie de circuit intégré pour les dernières décennies [26-29]. Un circuit intégré est composé d'un ensemble de composants électriques ou optiques élémentaires combinés de façon à réaliser des fonctions électriques précises [15, 30].

Ce matériau est utilisé pour réaliser les lignes d'interconnexions dans les circuits intégrés (CI), l'électrode de grille ainsi que les contacts de source et de drain des transistors CMOS (Complementary Métal-Oxyde-Semiconducteur) [7,31-32]. Il a trouvé des applications dans la technologie bipolaire et, plus récemment, dans la technologie bipolaire - CMOS où il sert de contact d'émetteur et de base et de source [1, 26, 33-34].

Dans ce chapitre, nous allons présenter une revue des propriétés électriques et optiques des films de silicium polycristallin déposés par la technique LPCVD (Low pressure Chemical Vapour Deposition), ensuite, nous présentons les différentes techniques de caractérisation tel que : la méthode des quatre pointes, le FILMeasure F20. Nous finissons ce chapitre par un rappel théorique des propriétés optiques, ainsi, nous rappelons les principaux résultats électriques et optiques de la littérature.

## I/ Les Propriétés électriques des films Si-LPCVD :

La résistivité du silicium polycristallin est principalement contrôlée par la présence des joints de grains, qui piègent les impuretés et les porteurs libres [19]. La concentration des porteurs dans ce matériau est influencée par la nature des traitements thermiques qu'il subit, du niveau de dopage, de la température ... etc.

Afin d'expliquer la variation de la résistivité avec la concentration de dopage dans le silicium polycristallin, deux modèles ont été proposés :

### *I-1/ Le modèle de piégeage des porteurs :*

Dans ce modèle on suppose que les atomes dopants sont uniformément répartis à l'intérieur du matériau, et que la limitation de la conductivité est expliquée par le piégeage des porteurs de charges aux joints de grains, là où ils créent des barrières de potentiel qui empêchent le transfert des porteurs libres d'un grain à l'autre. Ainsi le changement de la hauteur de ces barrières de potentiel conditionne la variation de la résistivité avec le taux de dopage.

### *I-2/ Le modèle de la ségrégation des atomes dopants :*

Dans ce modèle, la résistivité du silicium polycristallin est régie par le phénomène de ségrégation des atomes dopants aux joints de grains, là où ils seront piégés, et deviennent par conséquent électriquement inactifs. Donc, aux basses concentrations de dopage, la plus part des atomes dopants migrent aux joints de grains et laissent peu d'atomes de dopage dans les cristallites pour contribuer à la conduction. Plus la concentration du dopage augmente, plus la quantité d'atomes restant dans les grains est importante. De cette manière la résistivité du polysilicium approche celle du monosilicium.

Bien que ces deux modèles arrivent à expliquer la variation de la résistivité avec la concentration totale du dopage, le modèle de piégeage des porteurs est le plus accepté, car le modèle de la ségrégation des dopants ne peut expliquer ni la dépendance de la résistivité avec la température, ni le minimum observé dans la mobilité de Hall aux concentrations moyennes du dopage [1].

## **II/ Le Dopage :**

Les propriétés électriques d'une région peuvent être modifiées par rapport à celle du substrat par introduction de dopants en concentration supérieure à celle du substrat [15]. Nous avons trois techniques de dopage à notre disposition : le dopage in-situ, le dopage par diffusion et enfin le dopage par implantation ionique.

### *II-1/ Dopage in-situ :*

La méthode de dopage in-situ du polysilicium consiste à apporter les dopants au cours du dépôt de la couche de polysilicium. Cela implique l'adjonction de gaz de dopants tels que la phosphine ou le diborane aux gaz normalement utilisés pour le dépôt de polysilicium. Cette méthode n'est pas un processus simple, puisque l'introduction des gaz de dopants complique le contrôle de l'épaisseur des couches, de l'uniformité des dopants et de la vitesse de dépôt. Néanmoins, cette technique quand elle est bien maîtrisée, s'avère très performante. En effet, malgré le danger lié à l'emploi de gaz hautement toxiques, on peut arriver à un très bon contrôle de la concentration et donc de la résistivité de la couche déposée [9].

### *II-2/ La diffusion thermique :*

La diffusion thermique est utilisée uniquement pour les matériaux qui présentent une bonne stabilité thermique comme le silicium, par exemple. Le procédé consiste à placer le substrat dans un four porté à haute température de l'ordre de 1000°C pendant un temps de

l'ordre de l'heure. Dans le four circule un gaz contenant l'élément dopant. Le dopant en contact avec le substrat diffuse de la surface vers le volume du substrat sur une profondeur de quelques microns. Un deuxième recuit thermique dans une atmosphère exempte des éléments de dopage est effectué pour faire pénétrer plus profondément les dopants et les redistribuer de façon uniforme. Au cours de ce deuxième recuit, une couche d'oxyde se forme à la surface du substrat [15].

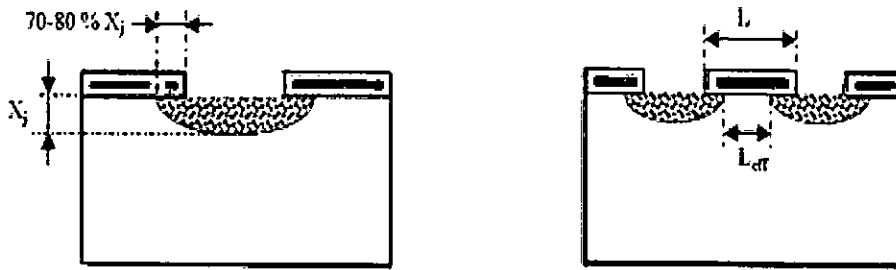


Figure (a): Diffusion latérale et verticale. Figure (b): Effet de la diffusion latérale sur l'espacement entre zones dopées voisines.

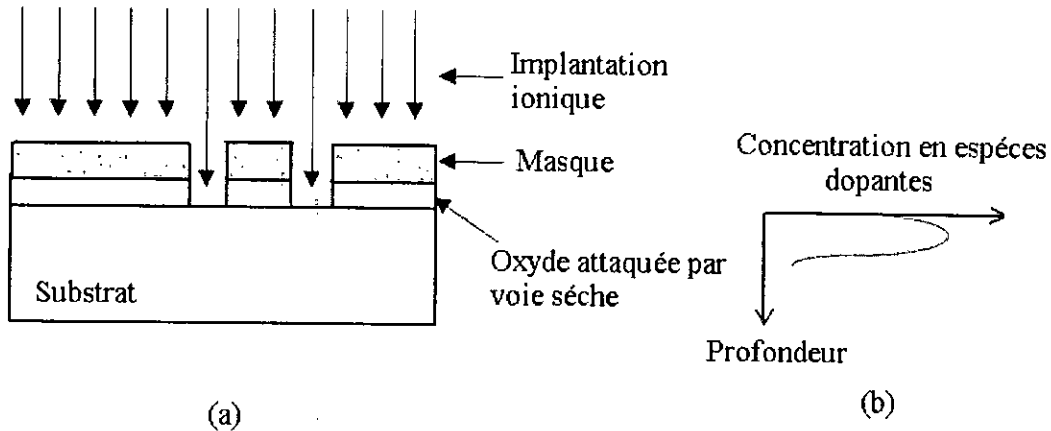
### Figure II-1 : Effet de la diffusion thermique

Comme les particules de dopants peuvent se déplacer dans toutes les directions, une diffusion latérale se produit en même temps que la diffusion verticale. La diffusion latérale se produit sur une distance égale à 70 à 80 % de la profondeur de diffusion verticale,  $X_j$ , comme le montre la figure : II-1(a). Lors de la conception du circuit il faut tenir compte de cette diffusion latérale et prévoir un espacement suffisant entre deux régions dopées voisines afin d'éviter qu'elles soient en contact direct, (voir figure : II-1) [15].

### II-3/ L'implantation ionique :

L'implantation ionique est la technique courante pour doper un matériau semiconducteur [6]. Les dopants sont ionisés et accélérés par un type particulier d'accélérateur de particules (faisceau monocinétique de 10 à 300 keV). Un masque est utilisé pour stopper le faisceau d'ions (voir figure : II-2a), alors que dans les régions non protégées par le masque, les dopants pénètrent à l'intérieur du silicium jusqu'à une profondeur selon la distribution de la figure : II-2b [15]. Contrairement aux résultats obtenus par un mécanisme de diffusion à partir d'une source de dopants, la distribution des espèces implantées est maximale à l'intérieur du silicium.

Après élimination du masque d'implantation, un traitement thermique est encore nécessaire pour redistribuer les ions implantés dans les sites favorables à la conduction électrique dans le cristal, pour minimiser les dégâts de l'irradiation et éventuellement pour élargir les distributions de dopants.



**Figure II-2: Implantation ionique sélective (a) et distribution des espèces dopantes en fonction de la profondeur du semiconducteur (b) [15].**

### III/ Caractérisation électrique :

Bien que les caractéristiques physiques du polysilicium soient très probablement différentes de celles du silicium monocristallin, aucun paramètre spécifique à ce matériau (hauteur de barrière, masse effective, permittivité...) n'a été trouvé dans la littérature, de sorte qu'il sera simplement considéré comme du silicium très fortement dopé.

#### III-1/ La résistance carrée :

Soit une plaquette de silicium de type p couverte d'une couche d'oxyde de silicium, on pratique une ouverture dans l'oxyde de longueur  $l$  et de largeur  $w$ . On diffuse du phosphore à travers cette ouverture (Figure : II-3), la partie de type n possède une résistance électrique dans le sens de la longueur qui est la même que celle d'un parallélépipède rectangle dont la valeur mesurée entre A et B est donnée par :

$$R_{AB} = \rho \frac{l}{wd} \quad (\text{II-1})$$

Où  $d$  est la profondeur de la partie diffusée de type n et  $\rho$  sa résistivité.

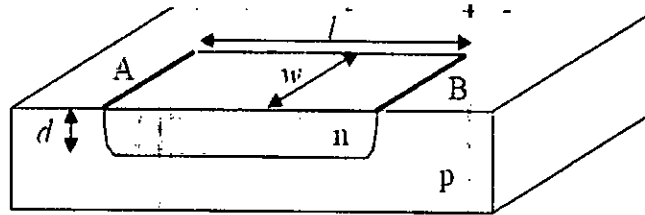


Figure II-3 : Schéma d'une résistance obtenue par diffusion d'impuretés donatrices dans un silicium de type p [35].

Toutes les résistances diffusées en même temps que celle-ci possèdent la même profondeur  $d$  et la même résistivité  $\rho$ , seules leurs dimensions visible à la surface  $l$  et  $w$  peuvent être différentes.

Nous pouvons alors évaluer la résistance de chacune d'entre elles en fonction de  $l$ , de  $w$  et d'une résistivité spécifique par unité de profondeur, la même pour toutes ces couches identiques.

$$R_s = \frac{\rho}{d} \quad \text{Telle que : } R_{AB} = R_s \frac{l}{w} \quad (\text{II-2})$$

Où  $R_s$  est en particulier égale à  $R_{AB}$  lorsque  $l = w$ , on l'appelle alors «résistance par carré» ou encore *résistance carrée* notée  $R_{\square}$  et exprimée en  $\Omega/\square$ . C'est un concept très utilisé quand il s'agit de couches minces semi-conductrices déposées sur un isolant ou isolées du substrat par une jonction [35].

La mesure de la résistivité sera faite à l'aide de la méthode des quatre pointes :

### III-2/ Méthode des quatre pointes :

C'est à la fin des années 50 que, pour les besoins de l'industrie, *Van der Pauw* développa une méthode qui permet de mesurer la résistivité d'échantillon plat de forme quelconque pour lesquels la méthode classique de mesure est inadéquate.

La méthode des quatre pointes est une méthode expérimentale utilisée couramment pour mesurer la résistance carrée et/ou la résistivité d'un semi-conducteur massif.

Elle consiste en quatre pointes alignées (Figure : II-4), équidistantes d'une distance  $s$  petite par rapport aux dimensions de l'échantillon, et qui appuient sur la surface de la couche.

On envoie un courant  $I$  entre la pointe 1 et la pointe 4 et on mesure la ddp  $V$  entre les pointes 2 et 3, le rapport  $V/I$ , est lié à la résistivité en fonction des dimensions et la profondeur de l'échantillon [35-36].

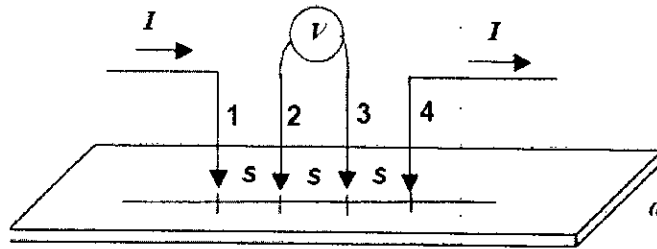


Figure II-4 : Expérience de mesure de la résistance carrée par la méthode des quatre pointes.

Dans le cas d'un échantillon massif (Figure : II-5), les équipotentielles sont des demi sphères et la résistance mesurée entre la pointe 2 et la pointe 3 est calculée en intégrant des résistances infinitésimales comprise dans le quart de la couronne de sphère comprise entre les pointes en question et centrées à la pointe 1, les parties de l'échantillon à l'extérieur de cette portion ne peuvent intéresser la chute de potentiel entre 2 et 3. L'aire de cette couronne en partant de la pointe 1 et pour un rayon  $r$  est  $\pi r^2$ , ce qui donne :

$$dR = \rho \frac{dr}{\pi r^2} \quad \text{et} \quad R = \frac{\rho}{\pi} \int_s^{2s} \frac{dr}{r^2} = -\frac{\rho}{\pi} \left[ \frac{1}{r} \right]_s^{2s} = \frac{\rho}{\pi} \frac{1}{2s} \quad \text{(II-3)}$$

$$\text{Ou, } R = \frac{V}{I} \quad \text{et donc : } \rho = 2\pi s \frac{V}{I} \quad \text{(II-4)}$$

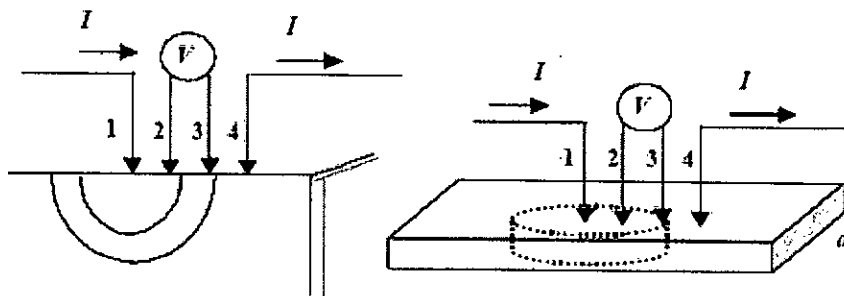


Figure II-5 : Les équipotentielles forment des cylindres dans le cas d'une couche mince et des demi sphères dans le cas d'un échantillon massif.

Dans le cas d'une couche mince de profondeur  $d$ , les équipotentiellles sont de forme cylindrique. On calcule la résistance entre la pointe 2 et la pointe 3 en ne considérant que la moitié de la couronne cylindrique située dans le sens du passage du courant, on trouve :

$$dR = \rho \frac{dr}{\Pi r d} \text{ et } R = \frac{\rho}{\Pi d} \int_s^{2s} \frac{dr}{r} = \frac{\rho}{\Pi d} [\ln(r)]_s^{2s} = \frac{\rho}{\Pi d} \ln(2) \quad (\text{II-5})$$

$$R = \frac{V}{I} \text{ et } R = \frac{\rho}{d} \text{ et donc :}$$

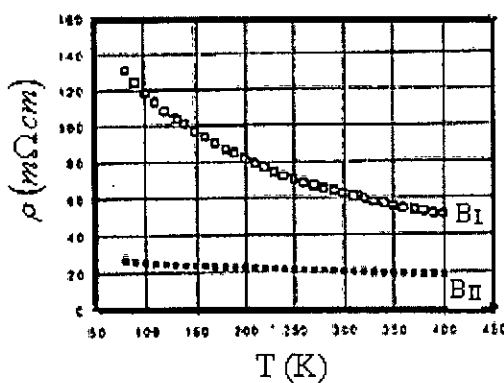
$$R = \frac{\Pi}{\ln(2)} \frac{V}{I} = 4.53 \frac{V}{I} \quad (\text{II-6})$$

Le coefficient 4.53 est un *coefficient correcteur* qui n'est valable que si la distance entre les pointes est très petite par rapport à la longueur et à la largeur de la couche. Lorsque ces dimensions deviennent plus proches de  $s$  le coefficient correcteur diminue.

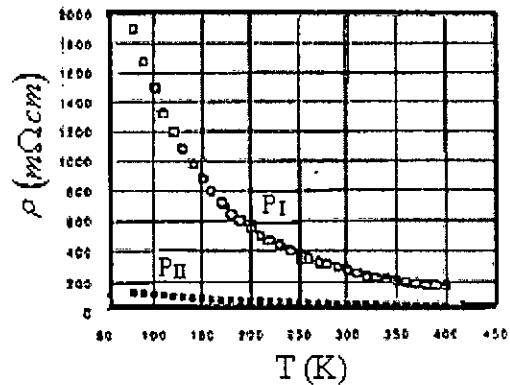
**IV/ La variation de la résistivité du silicium polycristallin :**

*IV-1/ En fonction du dopage :*

La variation de la résistivité du silicium polycristallin dépend fortement du dopage utilisé. Volklein et Baltes (1992) ont étudié l'évolution des paramètres physiques du silicium polycristallin dopé en fonction du dopant utilisé et de sa concentration. Ils ont montré que la résistivité varie plus en fonction de la température pour de faibles dopages que pour des forts dopages. De plus, la sensibilité en température est plus importante pour le dopage au phosphore qu'au bore (figure : II-6).



(a) B<sub>I</sub> : N<sub>A</sub> = 1.10<sup>19</sup> cm<sup>-3</sup>  
 B<sub>II</sub> : N<sub>A</sub> = 2.10<sup>19</sup> cm<sup>-3</sup>



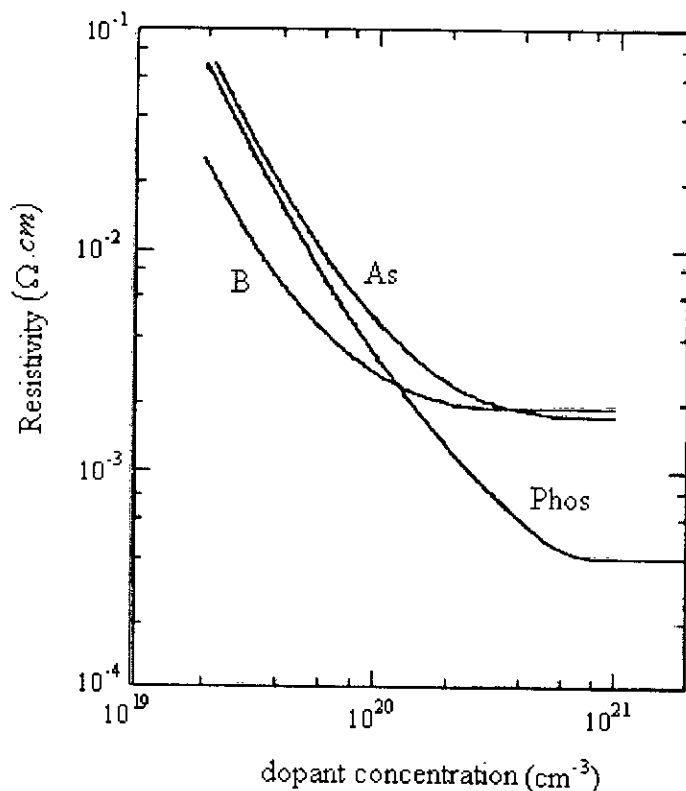
(b) P<sub>I</sub> : N<sub>D</sub> = 1.10<sup>19</sup> cm<sup>-3</sup>  
 P<sub>II</sub> : N<sub>D</sub> = 2.10<sup>19</sup> cm<sup>-3</sup>

Figure II-6 : Résistivité du silicium polycristallin dopé a) en bore b) en phosphore [19].



Aux faibles concentrations d'impuretés, les atomes dopants se localisent aux joints de grains, par la suite les cristallites se trouvent dépeuplées, la conduction induite est alors faible. Par contre, aux concentrations d'impuretés supérieures, une saturation des joints de grains se produit, accompagnée d'une migration des atomes en excès vers l'intérieur des grains, ce qui induit une amélioration de la conduction électrique [21].

La figure (II-7) montre les possibilités qu'offre le dopage du polysilicium par implantation. Les trois courbes présentent les résistivités de couche dopée par les trois dopants les plus usités, l'arsenic (As) et le phosphore (Phos), et bore (B). Pour chacun, on retrouve pour les plus forts niveaux de dopages ( $>2.10^{20}$  at/cm<sup>3</sup>), correspondant à une dose élevée, un mécanisme de solubilité limite, caractérisé par un « planchet » de la résistivité.

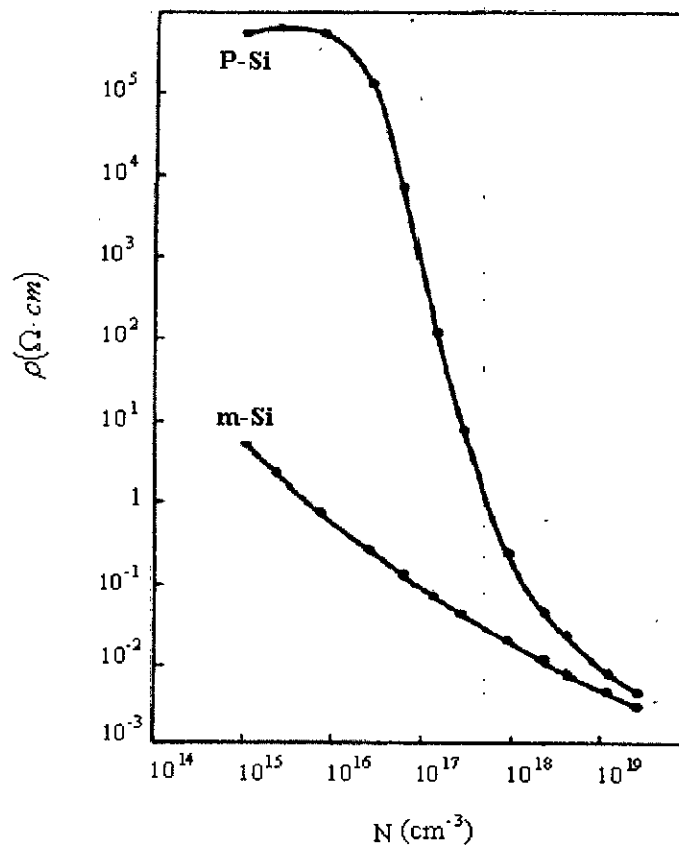


**Figure III-7 : Evolution de la résistivité en fonction du niveau de dopage [9].**

Cependant, dans le cas du polysilicium, les valeurs de résistivité sont extrêmement sensibles au procédé de dépôt. Il sera donc nécessaire de caractériser la conduction dans les films minces de polysilicium [9].

Le polysilicium a la même structure cristalline que le silicium monocristallin, mais est composé de grains d'orientations différentes [1, 37].

Les grains (dont la taille est de l'ordre du micromètre) et les joints de grains influent sur les propriétés du polycristal, en particulier sur ses propriétés de transport électrique. Les joints de grains se comportent comme des barrières de potentiel électrique, « empêchant » le passage des porteurs de charge. Pour un même dopage, la résistivité électrique du silicium polycristallin est donc supérieure à celle du silicium monocristallin. De plus, une augmentation du dopage entraîne une augmentation du nombre de porteurs de charge, donc une diminution de la résistivité (figure II-8) [9].



**Figure II-8 : Résistivité du silicium polycristallin et monocristallin épitaxié en fonction du dopage (Kamins, 1988) [9, 37].**

#### **IV-2/ En fonction de la température :**

La résistivité du matériau dépend, elle aussi, des conditions de dépôt (figure : II-9). Si le polysilicium est déposé à une température supérieure à  $T_1$ , il en résulte un nombre de pièges plus important et donc une barrière de potentiel et une épaisseur des joints de grains plus importante. Ainsi, la résistivité des joints de grains étant supérieure à celle des grains, il en résulte une plus grande résistivité du polysilicium [22].

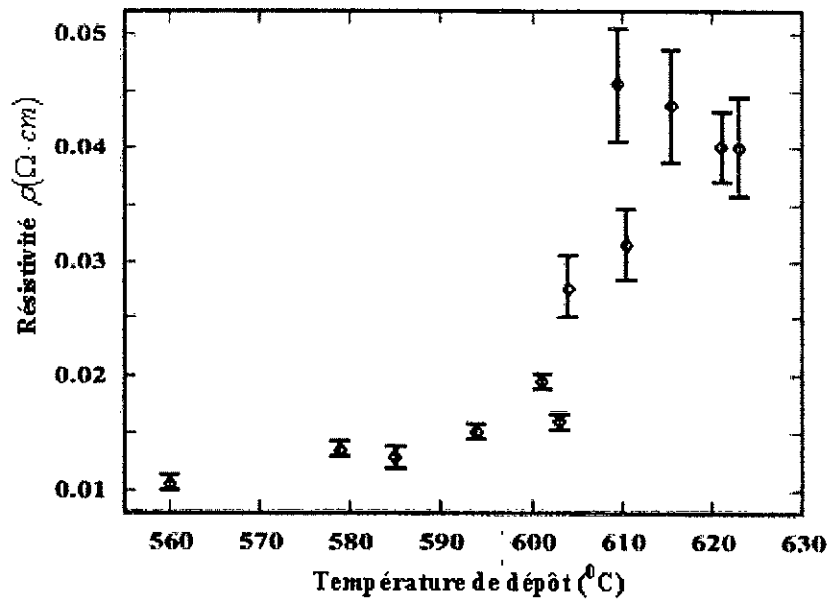


Figure II-9 : Résistivité du polysilicium en fonction de la température de dépôt [22].

La résistivité des films de silicium polycristallin est une fonction complexe de la taille des grains cristallins, de la concentration des dopants et de la température, comme l'affirme *Robert A. Pease*.

Pour de faibles concentrations des dopants, la conduction électrique est déterminée par les caractéristiques des joints de grains et par le piégeage des porteurs dans des centres profonds induits par les joints des grains. Les charges mobiles piégées dans les joints établissent une barrière de potentiel [35].

Dans ces conditions, la résistivité est décrite par :

$$\rho = \rho_0 \exp\left(\frac{E_a}{KT}\right) \quad (\text{II-7})$$

Où  $E_a$  est une énergie d'activation qui prend en compte la hauteur de la barrière de potentiel. Le comportement exponentiel de la résistivité est décrit par la relation (II-7), la hauteur de la barrière de potentiel augmente initialement jusqu'à ce que tous les centres profonds soient remplis [35].

Les barrières de potentiel aux joints de grains sont franchies par les porteurs de charge si leur énergie est suffisante. Une augmentation de la température entraîne celle de l'énergie des porteurs donc une diminution de la résistivité, qui évolue proportionnellement à  $\exp(1/kT)$  [19].

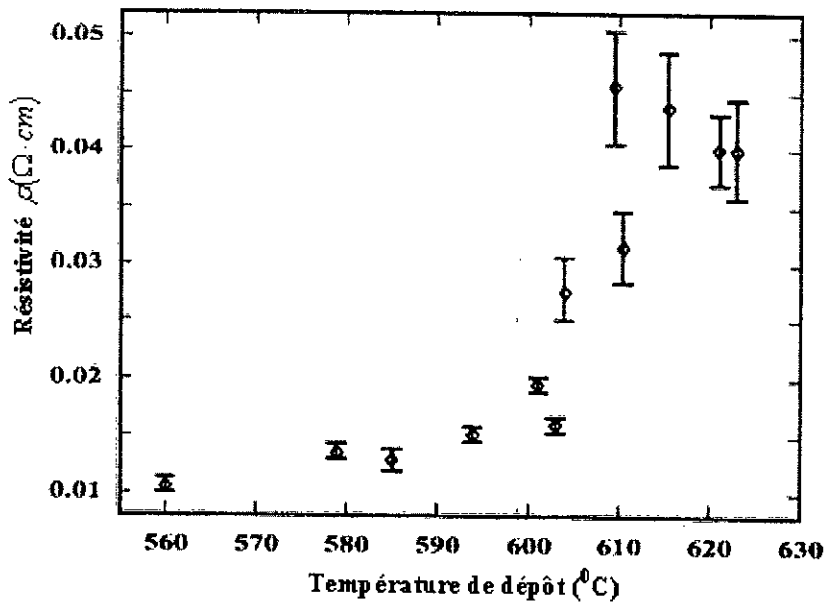


Figure II-9 : Résistivité du polysilicium en fonction de la température de dépôt [22].

La résistivité des films de silicium poly-cristallin est une fonction complexe de la taille des grains cristallins, de la concentration des dopants et de la température, comme l'affirme Robert A. Pease [35].

Pour de faibles concentrations des dopants, la conduction électrique est déterminée par les caractéristiques des joints de grains et par le piégeage des porteurs dans des centres profonds induits par les joints des grains. Les charges mobiles piégées dans les joints établissent une barrière de potentiel [35].

Dans ces conditions, la résistivité est décrite par :

$$\rho = \rho_0 \exp\left(\frac{E_a}{KT}\right) \quad (\text{II-7})$$

Où  $E_a$  est une énergie d'activation qui prend en compte la hauteur de la barrière de potentiel. Le comportement exponentiel de la résistivité est décrit par la relation (II-7), la hauteur de la barrière de potentiel augmente initialement jusqu'à ce que tous les centres profonds soient remplis [35].

Les barrières de potentiel aux joints de grains sont franchies par les porteurs de charge si leur énergie est suffisante. Une augmentation de la température entraîne celle de l'énergie des porteurs donc une diminution de la résistivité, qui évolue proportionnellement à  $\exp(1/kT)$  [19].

## V/ Les propriétés optiques des films Si-LPCVD :

### V-1/ Définitions de $n$ et de $k$ :

Les constantes optiques ( $n$  et  $k$ ) décrivent comment la lumière se propage à travers un film. En termes simples, le champ électromagnétique se propageant selon la direction  $X$ , s'exprime à un instant donné par :

$$E = A \cdot \cos\left(n \frac{2\pi}{\lambda} X\right) \cdot \exp\left(-k \frac{2\pi}{\lambda} X\right) \quad (\text{II-8})$$

Où  $X$  est la distance,  $\lambda$  est la longueur d'onde de la lumière ;  $n$  et  $k$  sont l'indice de réfraction et le coefficient d'extinction caractérisant le film, respectivement. L'indice de réfraction est défini comme le rapport de la vitesse de la lumière dans le vide à la vitesse de la lumière dans le matériau ( $n = c/v$ ). Le coefficient d'extinction est une mesure faisant référence à la quantité de combien de lumière absorbée dans le matériau.

### V-2/ Interface Simple :

La réflexion d'interface simple se produit toutes les fois que la lumière croise l'interface entre différents matériaux. La fraction de la lumière qui est réfléchiée par une interface est déterminée par la discontinuité dans  $n$  et  $k$ . Pour la lumière réfléchiée au loin d'un matériau en air la réflectivité s'exprime :

$$R = \frac{(n-1)^2 + k^2}{(n+1)^2 + k^2} \quad (\text{II-9})$$

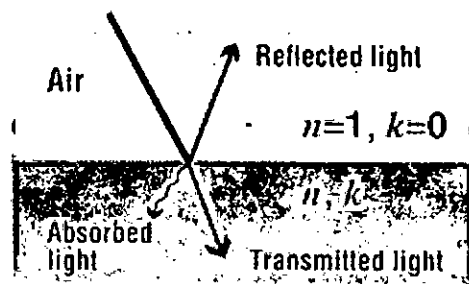
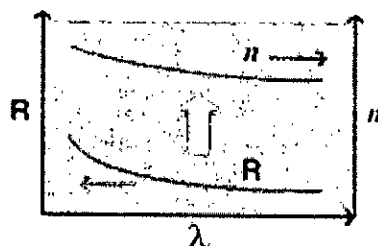


Figure II-10 : Interface Simple

Dans le cas d'un film non absorbé ( $k=0$ ) ; la réflectivité s'exprime par :  $R = \left| \frac{n-1}{n+1} \right|^2$

Clairement, l'indice de réfraction du matériau peut être déterminé à partir d'une mesure de réflectivité. En général,  $n$  change avec la longueur d'onde (c'est-à-dire, les matériaux montrent la dispersion), mais puisque la réflectivité est connue à beaucoup de longueurs d'onde, le  $n$  à chacune de ces longueurs d'onde est également connu, comme montré ci-dessous :



**Figure II-11 : Variation de la réflectivité  $R$ , et de l'indice de réfraction  $n$  en fonction de la longueur d'onde  $\lambda$ .**

### V-3/ Interfaces multiples :

Considérons maintenant une couche mince sur un autre matériau. Dans ce cas-ci le dessus et le bas du film réfléchissent la lumière. Le montant total de lumière réfléchi est la somme de ces deux différentes réflexions. Les réflexions des deux interfaces peuvent s'ajouter ensemble de manière constructive (les intensités s'ajoutent) ou destructive (les intensités se soustraient) [38], dépendant de leur rapport de phase.

Leur rapport de phase est déterminé par la différence des longueurs de chemin optiques des deux réflexions, qui alternativement est déterminée par l'épaisseur du film, de ses constantes optiques, et de la longueur d'onde de la lumière. Les réflexions sont en phase et s'ajoutent donc de manière constructive quand le chemin optique est égal à un multiple entier de la longueur d'onde de la lumière [38-39]. Pour une radiation tombant perpendiculairement sur un film transparent, ceci se produit quand ;  $2nd = i\lambda$  où  $d$  est l'épaisseur du film et  $i$  est un nombre entier (le facteur deux est dû au fait que la lumière traverse le film deux fois.) réciproquement, les réflexions ont lieu en opposition de phase et s'ajoutent destructives quand le chemin optique est moitié d'une longueur d'onde différente de l'état en phase, autrement dit :  $2nd = \left(i + \frac{1}{2}\right)\lambda$ . Les aspects qualitatifs de ces réflexions peuvent être combinés dans une

équation simple :

$$R = A + B \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda} nd\right) \quad (\text{II-10})$$

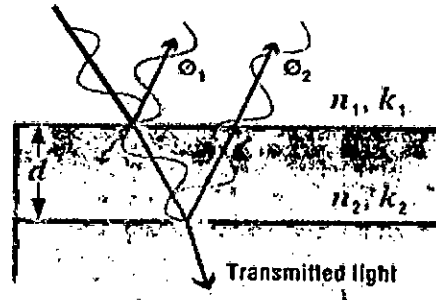


Figure II-12 : Interfaces multiples.

De là, nous pouvons voir que la réflectivité d'une couche mince changera périodiquement avec  $1/\text{longueur d'onde}$ , qui est illustré ci-dessous. En outre, des films plus épais montreront un plus grand nombre d'excédent d'oscillations d'une gamme de longueurs d'onde donnée, alors que les couches plus minces montreront peu d'oscillations, et souvent seulement une partie d'une oscillation, sur la même gamme.

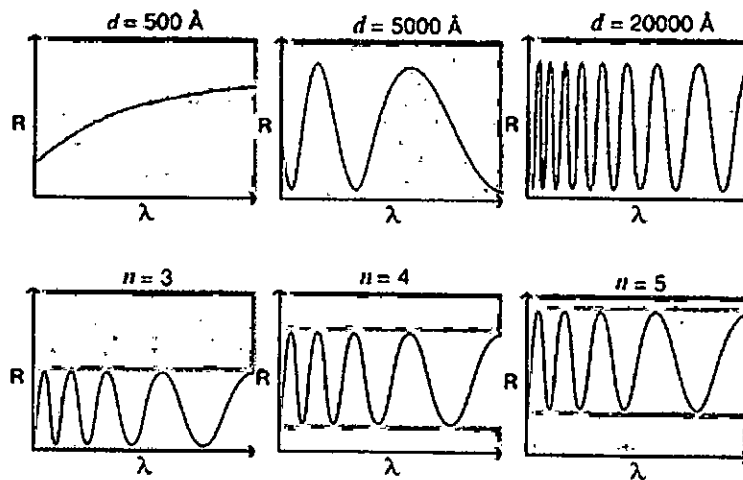


Figure II-13 : Variation de la réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour différentes épaisseurs et différents indices de réfraction.

**V- 4/ Détermination des propriétés de film de réflectivité spectrale :**

L'amplitude et la périodicité de la réflectivité d'une couche mince sont déterminées par l'épaisseur de film, les constantes optiques, et d'autres propriétés telles que la rugosité d'interface. Dans les cas où il y a plus d'une interface, il n'est pas possible de résoudre pour des propriétés de film, ni possible de résoudre pour  $n$  et  $k$  à chaque longueur d'onde individuellement.

Dans la pratique, on emploie des modèles mathématiques qui décrivent  $n$  et  $k$  sur une gamme des longueurs d'onde en utilisant seulement quelques paramètres réglables. Les propriétés d'un film sont déterminées en calculant des spectres de réflectivité basés sur les valeurs d'essai de l'épaisseur et des paramètres modèles de  $n$  et de  $k$ , et puis en ajustant ces valeurs jusqu'aux réflectivités mesurées.

#### V-5/ Modèles pour $n$ et $k$ :

Il y a beaucoup de modèles pour décrire  $n$  et  $k$  en fonction de la longueur d'onde. En choisissant un modèle pour un film particulier, il est important que le modèle puisse décrire exactement  $n$  et  $k$  sur la gamme de longueurs d'onde d'intérêt en utilisant autant que possible peu de paramètres. Généralement les constantes optiques de différentes classes des matériaux (par exemple, diélectriques, semi-conducteurs, métaux, et matériaux amorphes) changent tout à fait différemment avec la longueur d'onde, et exigent de différents modèles de les décrire (voir ci-dessous) modèles pour les diélectriques ( $k = 0$ ) ont généralement trois paramètres, alors que les non diélectriques ont généralement cinq paramètres ou plus. Par conséquent, comme exemple, pour modéliser la structure de deux couches montrée ci-dessous, un total de 18 paramètres réglables doit être considéré dans la solution.

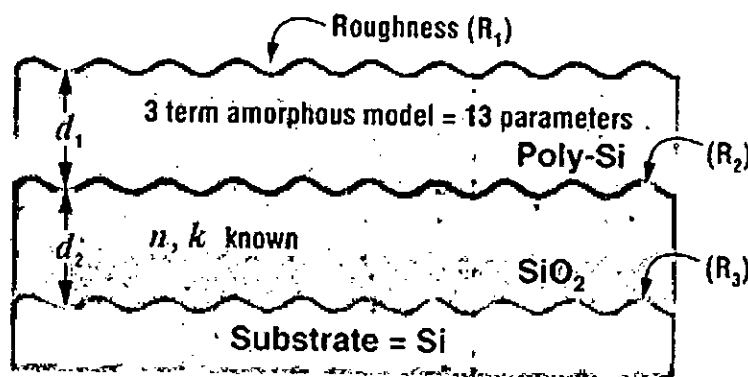


Figure II-14 : Représentation schématique de modèles pour décrire  $n$  et  $k$

Pour les diélectriques :

$$n(\lambda) = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4} \quad (\text{II-11})$$

$$k(\lambda) = 0 \quad (\text{II-12})$$

Paramètres raccord : A, B, C



*Pour le Silicium cristallin :*

$$\varepsilon_2(E) = 2nk = \sum_{i=1}^3 \frac{A_i}{B_i + (E - E_{0i})^2} \quad (\text{II-13})$$

$$\varepsilon_1(E) = n^2 - k^2 = \varepsilon_1(\infty) + \frac{2P}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{s\varepsilon_2(s)}{s^2 - E^2} ds \quad (\text{II-14})$$

Paramètres raccord :  $\varepsilon_1(\infty)$ ,  $A_1$ ,  $B_1$ ,  $E_{01}$ , .....

## VI/ Le Filmetrics F20 :

Le Filmetrics F20 est employé pour mesurer l'épaisseur et les constantes optiques ( $n$  et  $k$ ) des couches minces transparentes et semi-transparentes. Les films mesurés doivent être optiquement lisses et entre 100Å et 50 microns d'épaisseur. Les films généralement mesurés incluent les films de processus de semi-conducteur tels que des oxydes, les nitrures et le polysilicium [40].

La manière dont la lumière réfléchit au loin sur une couche mince est déterminée par les caractéristiques du film, telles que son épaisseur, des constantes optiques, et de la rugosité. Le F20 peut déterminer des caractéristiques en couche mince d'abord en mesurant soigneusement la quantité de lumière réfléchi de la couche mince sur une gamme de longueurs d'ondes (c'est-à-dire, en mesurant le spectre de réflectivité), et en analysant alors ces données en les comparant à une série de spectres calculés de réflectivité.

Les caractéristiques principales du logiciel de FILMeasure F20 sont comme suit (voir la figure II-15) :

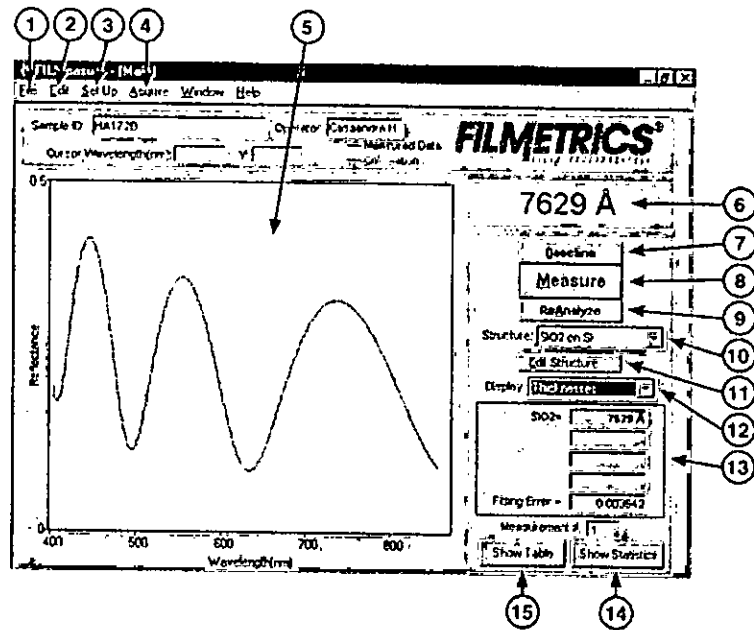


Figure II-15: Ecran principal de FILMeasure.

1. fichiers menu de dossier standard de Windows: les données de recherche, l'impression, etc.
2. Le menu d'édition est employé pour copier des spectres et des résultats mesurés, aussi bien que choisir des unités d'épaisseur et éditer la bibliothèque matérielle.
3. Installation les paramètres d'acquisition de réflectivité et l'affichage graphique.
4. Pour commencer et arrêter l'acquisition continue de réflectivité.
5. Affichage graphique pour la réflectivité expérimentale et calculée, aussi bien que des constantes optiques mesurées.
6. L'épaisseur de film mesurée est montrée ici.
7. L'ordre de mesure de ligne de base, qui est exigé avant que des mesures soient faites, est lancé en appuyant sur le bouton de ligne de base.
8. Ce bouton permet l'acquisition d'un spectre de réflectivité analysé dans une étape ultérieure.
9. Analyse refaite sur le spectre montré de réflectivité. Habituellement utilisé lorsqu'on essaie différents arrangements d'analyse sur un spectre précédemment acquis.
10. Choix de la structure de film qui doit être mesurée.
11. Zone où la structure choisie de film est décrite, et les paramètres d'analyse placés.
12. Choix de l'information montrée dans la boîte de résultats ci-dessous.

13. La boîte récapitule les résultats de mesure les plus récents.
14. La tabulation statistique de tous les résultats de mesure est montrée en poussant ce bouton.
15. Des résultats complets de la mesure la plus récente sont visualisés en poussant ce bouton.

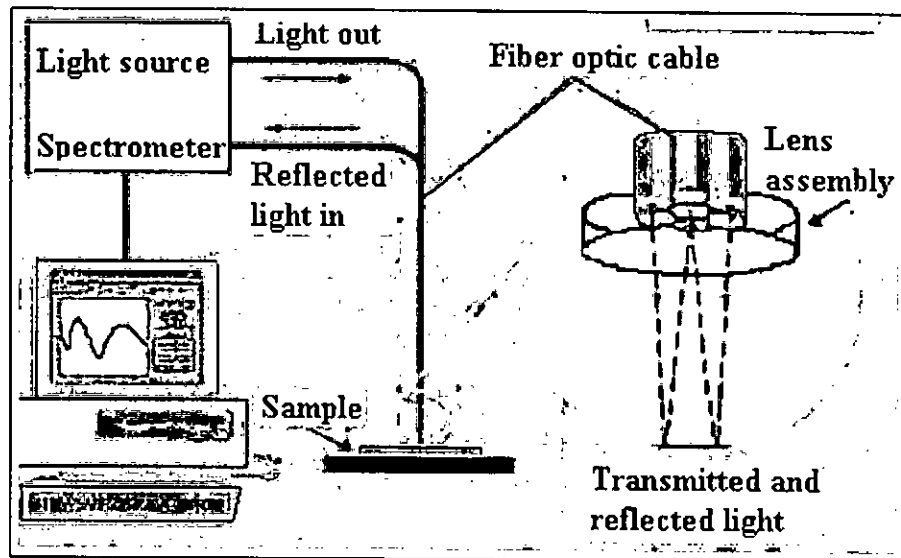


Figure II-16 : Schéma de principe d'une acquisition avec le système Filmetrics.

Le type d'installation qui est employée dépend de l'épaisseur du film et des constantes optiques mesurées [40], ainsi que le type de substrat.

On place notre échantillon sur le tapis (ou la sonde de contact) et on clique sur le bouton « mesure ». Après mesure, les spectres expérimentaux et simulés de réflectivité sont montrés sur le graphique. L'épaisseur des films sont montrées dans les boîtes marquées la «couche 1:», «couche 2:», etc. Les valeurs de la réflectivité  $R$ , de l'indice de réfraction  $n$ , et de coefficient d'extinction  $k$  calculées en fonction de la longueur d'onde sont reportées dans la grille qui est montrée sur le « Tableau d'exposition » au coin droit inférieur de l'écran. Cliquer sur une colonne contenant des données mesurées permet de les tracer sur le graphique [38].

L'exactitude d'un ajustement de calcul, et ainsi la fiabilité de la mesure, peuvent être jugées par comparaison entre les spectres expérimentaux et simulés.

## VII/ Les constantes optiques :

### VII-1/ Rappels théoriques d'optique :

Considérons un faisceau lumineux de longueur d'onde  $\lambda$  arrivant à la surface d'un semiconducteur. Si la fréquence  $\nu$  de la lumière est telle que :  $h\nu(eV) = \frac{1240}{\lambda(nm)} < E_g$ , où  $E_g$  est le gap et  $h$  est la constante de Planck, le faisceau traversera le cristal sans atténuation. Par contre si  $h\nu \geq E_g$ , les photons peuvent être absorbés en excitant des électrons de la bande de valence vers la bande de conduction. D'autre part, une partie du faisceau incident est réfléchi. Les propriétés d'absorption, de transmission et de réflexion de la lumière sont classiquement décrites en utilisant l'indice de réfraction complexe :

$$N(\omega) = n(\omega) - ik(\omega) \quad (\text{II-14})$$

Où  $\omega = \frac{2\pi c}{\lambda} = 2\pi\nu$ .  $\lambda$  et  $\nu$  sont la longueur d'onde et la fréquence de la lumière excitatrice,

respectivement ;  $n$  est l'indice de réfraction réel et  $k$  le coefficient d'extinction du matériau.

La réponse du gaz électronique à une onde électromagnétique est, quant à elle, déterminée par la fonction diélectrique complexe :

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon_1(\omega) - i\varepsilon_2(\omega) \quad (\text{II-15})$$

L'indice de réfraction  $N$  et la fonction diélectrique  $\varepsilon$  sont liés par la relation de Maxwell [1, 5] :

$$\varepsilon = N^2 \quad (\text{II-16})$$

Ce qui permet d'exprimer  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$  en fonction de  $n$  et de  $k$ , et inversement :

$$\varepsilon_1 = n^2 - k^2 \quad ; \quad \varepsilon_2 = 2nk \quad (\text{II-17})$$

$$\text{Ou bien : } n^2 = \frac{1}{2} \left( \sqrt{\varepsilon_1^2 + \varepsilon_2^2} + \varepsilon_1 \right) \quad ; \quad k^2 = \frac{1}{2} \left( \sqrt{\varepsilon_1^2 + \varepsilon_2^2} - \varepsilon_1 \right) \quad (\text{II-18})$$

Le coefficient d'absorption  $\alpha$  du milieu se déduit de  $k$  ou de  $\varepsilon_2$  par les relations :

$$\alpha = 4\pi k / \lambda = 2\pi\varepsilon_2 / n\lambda \quad (\text{II-19})$$

Les parties réelle et imaginaire de  $\varepsilon$  (et de même les parties réelle et imaginaire de  $N$ ) ne sont pas indépendantes. S'appuyant sur le principe de causalité (la réponse du milieu à un

champ électromagnétique ne peut pas précéder l'apparition du champ électrique), *Kramers* et *Kronig* ont établi des relations de dispersion entre  $\varepsilon_1(\omega)$  et  $\varepsilon_2(\omega)$  qui ont une validité générale quelle que soit la nature des bandes d'absorption du matériau [1]:

$$\varepsilon_1(\omega) = 1 + \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{\omega' \varepsilon_2(\omega')}{(\omega')^2 - \omega^2} d\omega' \quad (\text{II-20})$$

$$\varepsilon_2(\omega) = -\frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{\omega' \varepsilon_1(\omega')}{(\omega')^2 - \omega^2} d\omega' \quad (\text{II-21})$$

Les constantes optiques des matériaux sont déterminées à partir des mesures de transmission et de réflexion [1, 33].

Pour des longueurs d'onde où les phénomènes d'interférence deviennent évidents, l'indice de réfraction dans une première approximation  $n$  est obtenu à partir du maximum et du minimum de la transmission ( $T_{\text{Max}}(\lambda)$ ,  $T_{\text{Min}}(\lambda)$ ), par les équations suivantes [2, 31, 33]:

$$n = \left[ N + (N^2 - n_s^2)^{1/2} \right]^{1/2} \quad (\text{II-22})$$

$$\text{Où : } N = 2n_s \frac{T_M - T_m}{T_M T_m} + \frac{n_s^2 + 1}{2} \quad (\text{II-23})$$

$$\text{Et : } T_{\text{max}} = \left[ \frac{4n_s}{(n_s + 1)^2} \right]^2 \quad (\text{II-24})$$

$$T_{\text{min}} = \left[ \frac{4nn_s}{(n^2 + n_s)(n_s + 1)} \right]^2 \quad (\text{II-25})$$

L'épaisseur  $d$  de film est obtenue à partir de l'expression [18, 23, 37]:

$$d = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{m(\lambda_1 n_2 - \lambda_2 n_1)} \quad (\text{II-26})$$

Où le  $n_1$ ,  $n_2$  sont l'indice de réfraction aux deux maximum ou minimum adjacents à  $\lambda_1$  et  $\lambda_2$  respectivement,  $d$  est l'épaisseur de film.  $m$  sont déterminées en adaptant l'équation suivante à une longueur d'onde donnée :  $2nd = m\lambda$  [39, 41].

VII-2/ La réflectivité  $R$  :

La réflectivité  $R$ , du c-Si est pratiquement constante dans l'infrarouge et augmente dans le domaine du visible et de l'ultra-violet, faisant apparaître deux pics  $E_1$  ( $\lambda = 365$  nm) et  $E_2$  ( $\lambda = 275$  nm); ces deux pics sont dû aux transitions interbande. Le premier pic est attribué aux transitions interbandes  $\Lambda_3^v \rightarrow \Lambda_1^c$  près de l'axe  $[111]$  (L) avec une faible contribution des transitions  $\Gamma_{25}^v \rightarrow \Gamma_{15}^c$  le long de l'axe  $\Gamma$ , ce pic est associé à l'ordre à courte distance de la structure tétraédrique. Le pic  $E_2$ , au contraire associer à l'ordre à longue distance, est dû aux transitions dans une région étendue de la zone de Brillouin incluant le point X ( $X_4^v \rightarrow X_1^c$ ) et les régions  $\Sigma$  ( $\Sigma_2^v \rightarrow \Sigma_3^c$ ). Une diminution de la qualité cristalline s'accompagne d'une atténuation des deux pics, jusqu'à la disparition dans le cas de l'amorphe, et d'une baisse de la réflectivité, surtout dans le domaine de l'ultra-violet (voir la figure II-17) [1].

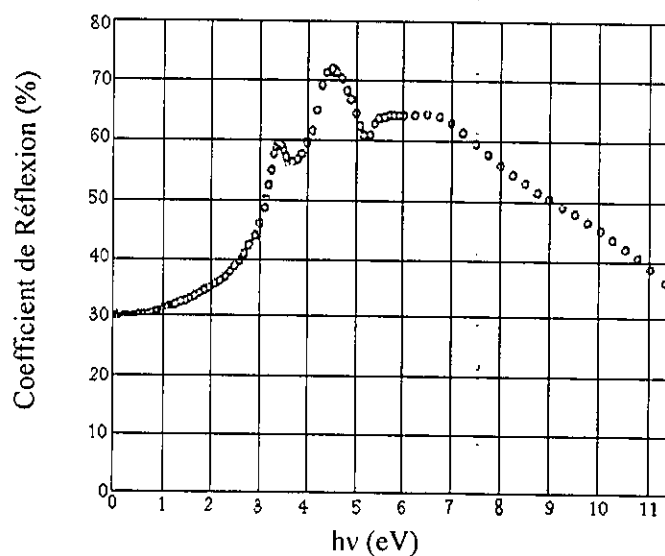
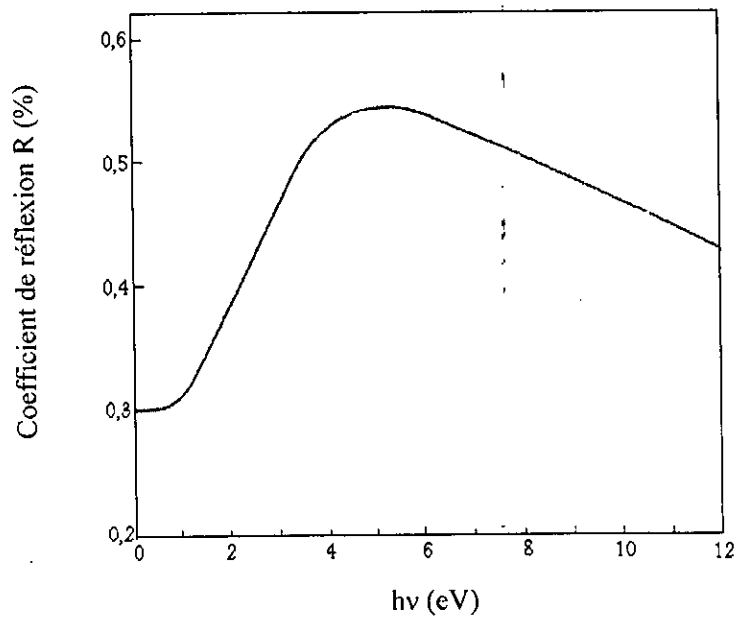


Figure II-17 : Dépendance spectrale du coefficient de réflectivité du silicium monocristallin [1]

La figure : II-19, montre l'évolution du pouvoir réflecteur avec l'énergie d'un film de silicium amorphe pur préparé par évaporation sous ultra-vide à une température voisine de celle de cristallisation du silicium amorphe [1]. On constate d'une part que le a-Si est moins réfléchissant que le c-Si, d'autre part que les pics  $E_1$  et  $E_2$ , présents dans le spectre du cristal (figure II-17) sont absents dans celui de l'amorphe.



**Figure II-19 : Réflectivité d'une couche de a-Si déposée par évaporation sous ultra-vide à haute température [1].**

VII-3/L'indice de réfraction  $n$  :

L'indice de réfraction dépend de la structure du film déposé de silicium [37]. Il est beaucoup plus élevé en films amorphes que dans les films polycristallins, avec un changement brusque de l'indice de réfraction se produisant à la température de transition séparant le dépôt des films amorphes et des films polycristallins, suivant les indications de (figure : II-20). Après que recuisant les films amorphes pour les cristalliser, l'indice de réfraction diminue et devient semblable à celui du polysilicium (figure : II-21).

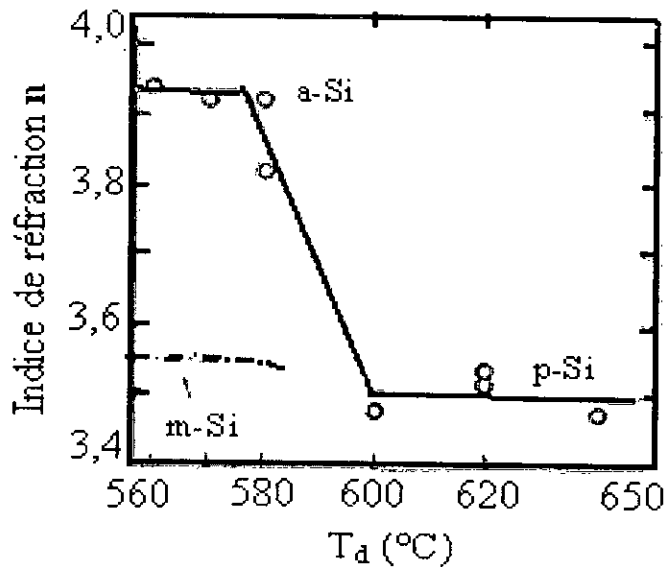


Figure II-20 : L'indice de réfraction de silicium amorphe après recuit thermique en fonction de la température de dépôt [37].

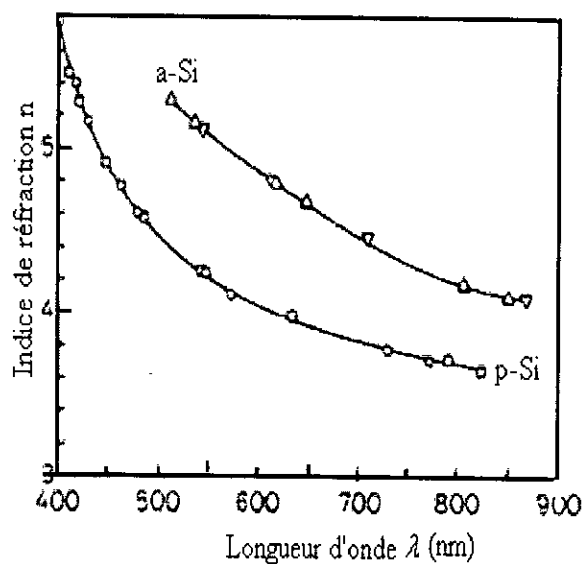


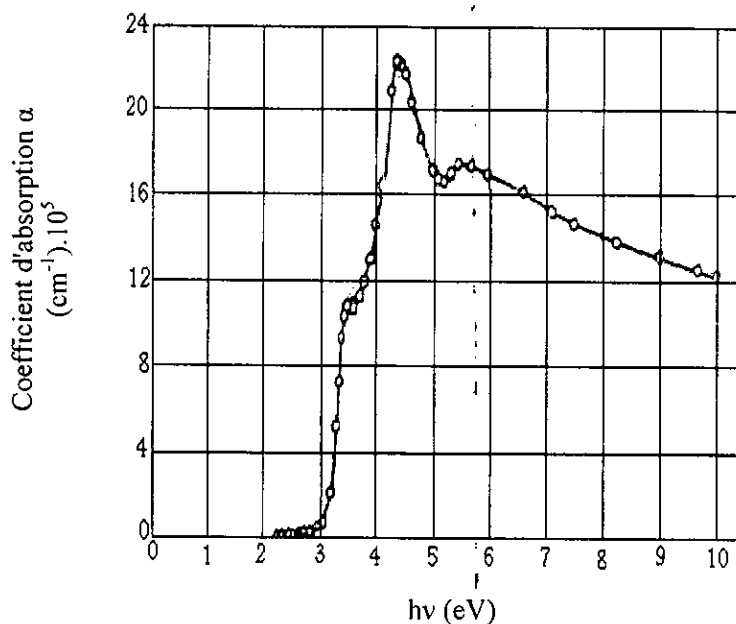
Figure II-21: L'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde pour des films de silicium polycristallin et amorphe [37].



#### VII-4/ Le Coefficient d'extinction $k$ et le Coefficient d'absorption $\alpha$ :

Le coefficient d'extinction  $k$  et le coefficient d'absorption  $\alpha$  sont reliés par la relation :  $\alpha = 4\pi k/\lambda$ . Le coefficient d'absorption de silicium dépend du processus d'absorption des porteurs libres. Quand l'énergie de photon est plus élevée que l'énergie de la bande interdite du silicium, les électrons dans la bande de valence peuvent être excités vers la bande de conduction, d'où un grand coefficient d'absorption [43].

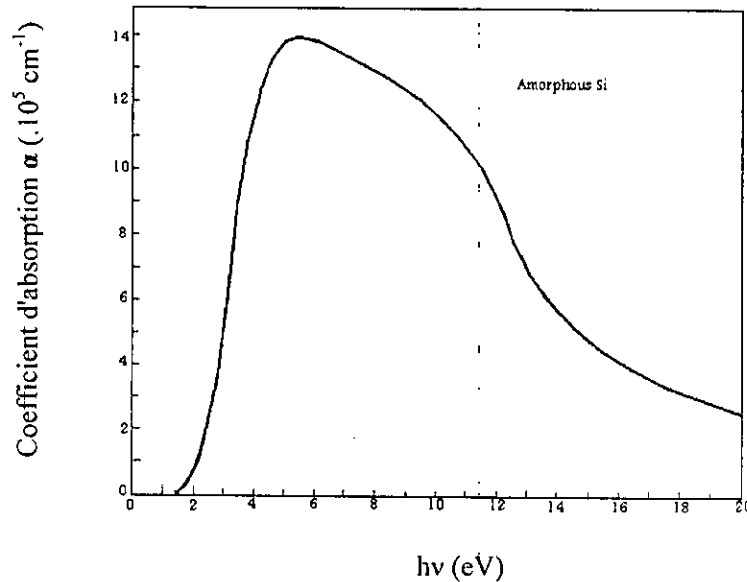
Pour les films de silicium monocristallin, le coefficient d'absorption est faible dans l'infrarouge (figure : II-22) par absence de porteurs libres, augmente très vite avec l'énergie en passant par deux pics localisés autour de 3,4 eV et 4,5 eV puis diminue pour atteindre une valeur minimale à 10 eV [1].



**Figure II-22 : Coefficient d'absorption du silicium monocristallin en fonction de l'énergie des photons incidents [1].**

La variation du spectre du coefficient d'extinction  $k$  est analogue à celle du coefficient d'absorption  $\alpha$  ( $\alpha = 4\pi k / \lambda$ ).

La figure : II-23, montre les variations du coefficient d'absorption  $\alpha$  avec l'énergie dont l'allure générale est caractéristique des couches minces de matériau amorphes. On voit bien que  $\alpha$  augmente très vite avec l'énergie, on atteint des coefficients d'absorption de l'ordre de  $10^5 \text{ cm}^{-1}$ .



**Figure II-23 : Coefficient d'absorption optique d'un film mince de a-Si déposée par évaporation sous ultra-vide à haute température [1].**

Le coefficient d'absorption est considérablement plus grand dans le polysilicium que dans le monosilicium [37]. Cependant, le coefficient d'absorption mesuré peut sembler élevé en raison de la dispersion de la surface approximative d'un film de polysilicium, aussi bien que par une absorption plus élevée. Dans la région évidente du spectre optique, Les atomes supplémentaires de dopant compensent probablement certains des défauts structuraux qui mènent à l'absorption de la lumière excessive.

Le coefficient d'absorption est considérablement plus grand dans le polysilicium que dans le monosilicium [37]. Cependant, le coefficient d'absorption mesuré peut sembler élevé en raison de la dispersion de la surface approximative d'un film de polysilicium, aussi bien que par une absorption plus élevée. Dans la région évidente du spectre optique, Les atomes supplémentaires de dopant compensent probablement certains des défauts structuraux qui mènent à l'absorption de la lumière excessive.

### VIII/ Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons passé en revue sur les propriétés électriques et optiques du silicium polycristallin (p-Si), puis, nous avons discuté quelques procédés technologiques indispensables à la caractérisation des échantillons qui font l'objet de notre étude, tels que : la méthode des quatre pointe et le FILMeasure F20.

L'étude faite dans les paragraphes précédents a révélé que les caractéristiques électriques et optiques des films Si- LPCVD sont largement influencées par les conditions de dépôt en particulier avec la température de dépôt, la pression, le dopage et le recuit thermique.

A decorative graphic of a scroll with a vertical bar on the left and a small circular element at the top right corner. The text 'Chapitre III' is centered within the scroll.

# Chapitre III

**Introduction :**

Le silicium est le matériau de base de tous les dispositifs microélectroniques ainsi que de cellules destinées à la conversion photovoltaïque de l'énergie solaire [44-45]. Le silicium entre aussi dans la composition de nouveaux matériaux composites avec l'avantage d'être plus résistant à l'oxydation à haute température [46].

La forme polycristallin du silicium joue un rôle de plus en plus important dans la technologie avancée des circuits intégrés. Le polysilicium est employé comme matériau de grille sur la plupart des structures MOS et en technologie bipolaire comme matériau actif d'émetteur. En outre, quelques applications potentielles à la jonction de PN et aux piles solaires ont été essayées [47-48]. Dans ce cas, le travail intensif a été consacré aux propriétés électriques et optiques et à l'optimisation des paramètres de processus pour une application donnée.

Ce chapitre est consacré à nos propres résultats expérimentaux sur les valeurs électriques telles que : la résistivité  $\rho$ , la résistance carrée  $R_{\square}$ , la mobilité  $\mu$  des trous. Ainsi que les valeurs optiques telles que la réflectivité  $R(\lambda)$ , l'indice de réfraction  $n(\lambda)$ , le coefficient d'extinction  $k(\lambda)$ , et le coefficient d'absorption  $\alpha(\lambda)$ , pour les films de silicium polycristallin obtenus par LPCVD. Enfin, nous présentons les propriétés optiques du silicium amorphe qui nous servira comme matériau de référence.

**I/ Présentation des films de polysilicium déposés par LPCVD :**

Pour la caractérisation électrique et optique de film de silicium polycristallin dopé in-situ au bore, nous avons adopté des échantillons de forme carrée de 15 mm de côté, ces échantillons ont été réalisés à partir d'un substrat monocristallin, d'orientation cristallographique [111], préalablement oxydé et sur lequel est déposé le film polycristallin, puis gravés sur la face arrière d'un code d'identification.

Avant chaque manipulation, les échantillons subissent un nettoyage afin d'éliminer toutes sortes d'impuretés, ainsi que la couche d'oxyde développée thermiquement ou native.

### *I-1/ Nettoyage*

Le nettoyage est l'une des étapes clé de la fabrication des films minces. La qualité de l'état de surface du substrat dépend de celle du nettoyage utilisé. La contamination se présente sous deux formes :

- Sous forme de particules pouvant provenir de l'air ambiant, de l'opérateur, lors du polissage ou du sciage, ou du matériel de manipulation des substrats.
- Sous forme de couches minces, par exemple résine photosensible, dépôt de vapeur d'huile provenant des pompes, les empreintes de l'opérateur, dépôt de produits de réaction lors d'une attaque chimique, etc.

La présence de contamination à la surface du substrat a pour effet :

1. d'introduire des impuretés lors de la déposition des films et par suite dégrader les propriétés physiques de ces films ;
2. d'empêcher une meilleure adhésion des films déposés ;
3. de rendre difficile voir impossible l'élaboration d'une photolithographie précise à cause de la taille de la poussière qui peut être du même ordre de grandeur ou plus grande que celle du plus petit motif qu'on cherche à réaliser.

Pour décontaminer la surface de nos échantillons de tout type d'impuretés, on procède au :

#### *a) Dégraissage*

C'est un nettoyage classique qui consiste à faire plonger les échantillons dans des bains successifs de trichloréthylène et d'acétone, suivis d'un rinçage et d'un séchage immédiats.

#### *b) Désoxydation*

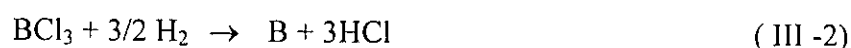
La désoxydation est une opération nécessaire à la suppression de l'oxyde natif, pour cela on utilise une solution tamponnée d'acide fluorhydrique HF(10%), dans laquelle l'échantillon est trempé durant quelque secondes (30 s).

### *I-2/ Caractérisation des échantillons étudiés (Si-LPCVD) :*

Il est indispensable d'aborder le processus d'oxydation thermique sous l'angle des conditions expérimentales, avec au préalable une présentation des échantillons sur lesquels porte notre étude. En effet, les échantillons de films minces de polysilicium ont été entièrement fournis par les laboratoires **MOTOROLA** de Toulouse (France) en forme de plaquettes carrées 15x15 mm<sup>2</sup>. Ils ont été élaborés par dépôt LPCVD: (Low Pressure

Chemical Vapor Deposition), dans des fours industriels isothermes sous faible pression ( $P=400$  mTorr) à la température ( $T_d = 605^\circ\text{C}$ ). La forte concentration en bore ( $2.10^{20} \text{ cm}^{-3}$ ) a été obtenue in-situ par décomposition du mélange gazeux ( $0,1$  l/min  $\text{SiH}_4 + 0,09$  l/min 3%  $\text{BCl}_3\text{-N}_2$ ).

Les réactions chimiques globales de décomposition des gaz réactifs sont les suivantes :



La cinétique de la réaction (III-1) permet de déterminer la vitesse de dépôt du film, alors que la cinétique de la réaction (III-2) permet de déduire le taux d'incorporation du bore dans le silicium [21].

L'épaisseur  $W_p$  de dépôt mesurée mécaniquement avec le profilomètre Talystep est de l'ordre de  $2000\text{\AA}$ . Elle est proportionnelle à la durée  $t_d$  du processus, d'où une vitesse constante de l'ordre  $1,96\text{\AA/s}$  pour  $t_d = 17$  min. Les films de polysilicium ainsi dopés in-situ au bore croissent sur substrats carrés de silicium monocristallin découpés dans des rondelles de  $125$  mm de diamètre, possédant l'orientation cristallographique [111]. Ces substrats de type N obtenus par tirage Czockralsky, recouverts d'une couche d'oxyde de silicium d'épaisseur  $1000\text{\AA}$ , faiblement dopés (résistivité  $\rho$  comprises entre  $10$  et  $20 \Omega\cdot\text{cm}$ ).

Les diverses caractéristiques relatives à l'élaboration de nos échantillons sont résumées sur le tableau suivant :

	<i>caractérisation</i>
Substrat	Monocristal de silicium <111>
Température de Dépôt $T_d$	$605^\circ\text{C}$
Epaisseur de films $W_p$	$2000 \text{\AA}$
Gaz de réaction	$\text{Si H}_4 + \text{BCl}_3$ , Pression $P = 400$ mtorrs
Niveau de dopage	$2.10^{20} \text{ cm}^{-3}$
Vitesse de dépôt	$1,96 \text{\AA/s}$
Débit de silane	$0.1$ l/min

*Tableau III.1. : Les caractéristiques des échantillons étudiés.*

### *I-3/ Moyens de caractérisation :*

Dans notre travail, les outils de caractérisation cristallographique et microstructurale de la surface et des régions qui la bordent sont : La microscopie électronique à balayage (*MEB*), la diffraction des rayons X (*DRX*), et la rugosité de surface. Cette étude a été réalisée au niveau des laboratoires de l'Ecole d'ingénieur de Buchs (Suisse) et Ecole des Mines de Nantes (France). Et pour analyser les propriétés électriques, elles ont été déduites à partir des mesures de résistance carrée par la méthode des quatre pointes (*FPPR* : Four Points Probe Resistivity) à l'aide de laboratoire *InESS* de Strasbourg (France). Quand aux propriétés optiques, elles ont été déduites à partir des mesures de réflectivité à l'aide du dispositif *FILMeasure F20 de Filmetrics*.

## **II/ Les propriétés structurales, électriques et optiques des films poly-Si déposée par LPCVD :**

### *II-1/ Les propriétés structurales des films étudiés :*

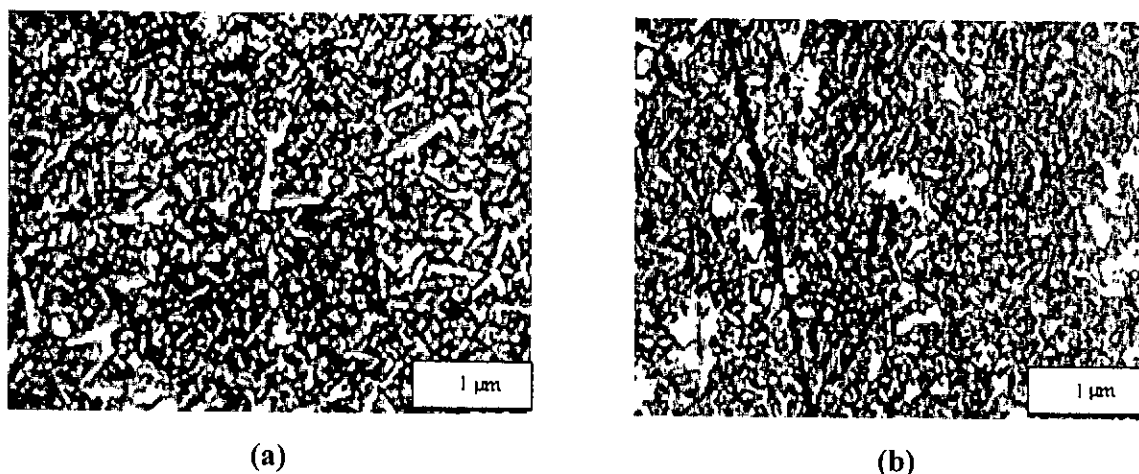
#### *II-1-1/ Analyse par La microscopie électronique à balayage (MEB) :*

Les surfaces et les interfaces jouent très souvent un rôle principal lors de la fabrication ou de l'utilisation des matériaux dans les domaines de la microélectronique et de l'optique. La rugosité, la morphologie et la forme précise des structures résultent en fait des propriétés physico-chimiques des surfaces et/ou des interfaces et de la manière dont elles sont fabriquées. Il est donc d'un intérêt primordial de les analyser pour bien connaître leurs caractéristiques [49].

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique traditionnellement utilisée dans l'analyse des surfaces. Elle permet d'analyser la morphologie de la surface et la composition chimique de la plupart des matériaux solides. Cette technique a la particularité d'offrir une très grande profondeur de champ (plusieurs centaines de microns) et donne des vues qualitatives des surfaces d'une grande utilité. En revanche, la mesure absolue des dimensions dans le sens de la hauteur nécessite l'analyse d'une section de l'échantillon.

L'analyse de la surface de nos échantillons est obtenue par La microscopie électronique à balayage (MEB), les figures (III-1) illustrent la surface de deux échantillons déposés à deux températures particulières  $T_d = 520^\circ\text{C}$  et  $605^\circ\text{C}$ , dont l'épaisseur est de l'ordre de  $2000\text{\AA}$ , ces films Si-LPCVD fortement dopés in-situ au bore ( $2.10^{20}\text{ cm}^{-3}$ ) ont été déposés sur substrat de silicium oxydé.





*Figure III-1 : Surface du polysilicium (images MEB), (a)  $T_d = 520^\circ\text{C}$ , (b)  $T_d = 605^\circ\text{C}$ .*

Selon les deux figures ci-dessus ; on remarque que la microstructure d'un silicium polycristallin se présente comme un assemblage de petits cristaux dits grains, séparés les uns des autres par des régions hautement désordonnées, appelées « joints de grain » figure (III-1).

Sur ces mêmes figures, on observe aussi que la taille des grains diminue lorsque la température de dépôt augmente, En effet, elle décroît environ de 90 nm à  $520^\circ\text{C}$  jusqu'à 70 nm à  $605^\circ\text{C}$ . Cette diminution de la taille des grains serait liée à une augmentation du taux de nucléation avec la température de dépôt, ou les nombreux petits cristaux en voie de croissance limite le développement des cristaux déjà existait.

Hatalis [46], a montré que des dépôts de silicium amorphe donnaient après un recuit thermique des films polycristallin de plus haute qualité cristalline, en terme de perfection structurale des cristallites et rugosité de surface du film.

La taille latérale des grains, au voisinage de la surface de la couche, croit à mesure que l'épaisseur de la couche augmente ou lorsque la pression partielle de silane diminue, mais cet accroissement s'accompagne d'une forte rugosité de la surface [50-51]. La formation de gros grains à pression réduite s'explique par la réduction du nombre de sites de nucléation à basse pression. De plus le coefficient de diffusion surfacique du silicium ne croit pas uniquement à cause de l'augmentation de la température de dépôt mais aussi lorsque la pression est réduite. Ainsi, la réduction de la pression compense l'effet de la diminution de la température de dépôt.

Des analyses par microscopie électronique en transmission sur des films de poly-Si obtenus par LPCVD montrent que la taille des grains augmente de 30 à 400 nm lorsque la pression partielle de silane est abaissée de 100 à 2,5 mTorr [52]. De plus, elle croît lorsque l'épaisseur de la couche augmente, mais cet accroissement s'accompagne d'une forte augmentation à la fois de la rugosité de surface et de la concentration en défauts dans la couche de poly-Si.

Une surface rugueuse introduit une composante diffuse dont on doit tenir compte, tant que la longueur d'onde  $\lambda$  n'est pas très supérieure à la moyenne quadratique (RMS : root mean square) des rugosités  $\sigma_0$ . On peut relier la réflectivité  $R$  d'une telle surface à celle d'une surface idéalement lisse par la relation [53-54] :

$$\frac{R}{R_0} = \exp\left(-\left(\frac{4\pi \cos\phi_0 \sigma_0}{\lambda}\right)^2\right) + \frac{32\pi^3}{m_0^2} \left(\frac{\sigma_0}{\lambda}\right)^4 \cos\phi_0^3 \Delta\omega \quad (\text{III-3})$$

Où  $\lambda$ ,  $\phi_0$  et  $\Delta\omega$  sont : la longueur d'onde, l'angle d'incidence et l'angle solide d'observation, respectivement,  $\sigma_0$  la moyenne quadratique des rugosités,  $m_0$  la moyenne quadratique de la pente des rugosités.

La relation (III-3) peut se simplifier dès que  $\sigma_0$  est suffisamment petit devant  $\lambda$  en négligeant le deuxième terme :

$$\frac{R}{R_0} = \exp\left(-\left(\frac{4\pi \cos\phi_0 \sigma_0}{\lambda}\right)^2\right) \quad (\text{III-4})$$

Le profil de rugosité de la surface d'un film de silicium a été réalisé sur Talystep mécanique. La figure (III-2) montre le profil de rugosité de surface des nos échantillons, on remarque que la surface présente de nombreuses rugosités avec une hauteur moyenne quadratique (RMS) de 20 nm. Cette rugosité dépend fortement de la température, la pression et est étroitement liée au développement de la taille des grains [55]. A noter que le processus d'oxydation peut modifier la morphologie de surface par l'effet de l'augmentation de la température [32].

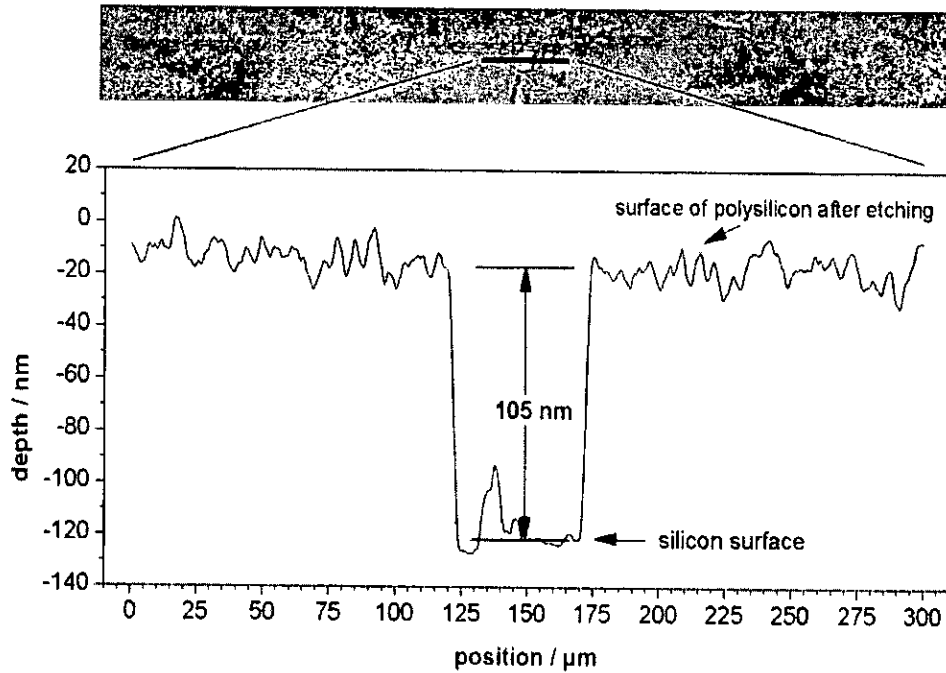


Figure III-2 : La rugosité du surface d'un silicium polycristallin déposé par LPCVD.

#### II-1-2/ Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :

Les mesures par DRX permettent d'analyser la texture des films déposés, de manière à obtenir des informations sur la structure de films, tels que : la constitution cristalline, l'orientation dominante cristalline et les directions de la croissance cristallographiques.

Pour obtenir ces informations, on utilise un diffractomètre de rayons X avec un montage de Bragg - Brentano ( $\theta - 2\theta$ ).

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse non destructrice basée sur la loi de Bragg [56] :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{III-5})$$

$$\text{Où : } d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} = \frac{n\lambda}{2 \sin \theta} \quad (\text{III-6})$$

$d_{hkl}$  : distance entre 2 plans d'indice de Miller  $hkl$  ;

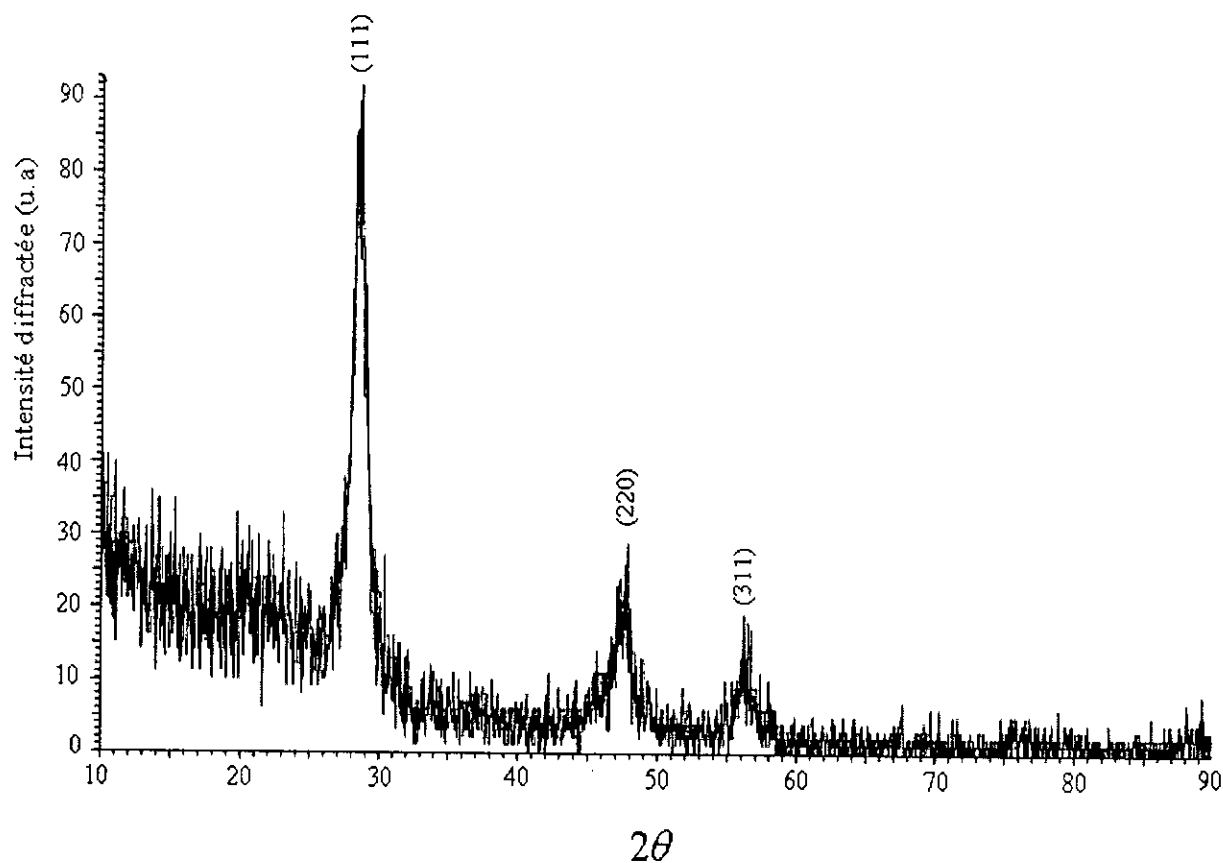
$a$  : paramètre de maille du silicium ( $a = 5.43 \text{ \AA}$ ).

$n$  : Ordre de la diffraction.

$\lambda$  : Longueur d'onde du faisceau de rayons X ( $\lambda = 154.059 \text{ pm}$ )

$\theta$  : Angle d'incidence des rayons X.

La diffraction des rayons X consiste en l'enregistrement des rayons diffractés par un échantillon en fonction de l'angle entre les rayons incidents et l'échantillon sur le support. Le fonctionnement en mode  $\theta/2\theta$  du diffractomètre implique que la source des rayons X et le détecteur forment toujours des angles égaux avec le support.



*Figure III-3 : Diagramme DRX d'un échantillon de silicium polycristallin.*

Le Diagramme DRX correspond révèle l'apparition de trois pics de diffraction, dont les maxima sont situés à une valeur bien définie de  $2\theta$  :  $28,5^\circ$ ,  $47,4^\circ$  et  $56,9^\circ$  correspondant aux familles des plans, (111), (220) et (311) respectivement.

### *II-2/ Les propriétés électriques :*

L'utilisation du polysilicium comme couche active d'un transistor à effet de champ en couches minces a fait l'objet, ces dernières années, de nombreuses études qui ont montré que les joints de grains jouent un rôle important sur les caractéristiques électriques de ces dispositifs. Effectivement, le grand nombre d'états de pièges forme des barrières de potentiel intergranulaires qui entravent le transport des porteurs libres dans le polysilicium.

Nous avons vu qu'un matériau polycristallin est composé de cristallites de taille, de forme et d'orientation variables dans lesquelles la conduction électrique est celle d'un monocristal, séparées par des régions fortement perturbées : les joints de grains.

En général, un joint de grains peut être considéré électriquement comme :

1. Une barrière de potentiel au transport des porteurs majoritaires qui est due à une forte concentration de piège.
2. Un centre de recombinaison pour les porteurs minoritaire.

Dans le silicium polycristallin, les joints de grains, connus comme étant des régions privilégiées d'accumulation des imperfections cristallographiques, favorisent la diffusion, la ségrégation et la précipitation des impuretés ; de plus, ils constituent des pièges et des centres de recombinaison pour les porteurs libres. Les charges piégées aux joints de grains créent une barrière de potentiel qui gêne le déplacement des porteurs de charge.

Nous étudions les propriétés électriques des films Si- LPCVD à partir des mesures de la résistance carrée par la technique classique des quatre pointes, sur quatre échantillons pour des températures d'oxydations différentes.

- Echantillon oxydés à 950°C
- Echantillon oxydés à 1000°C
- Echantillon oxydés à 1025°C.
- Echantillon oxydés à 1050°C

Pour une durée d'oxydation de 15 min.

Les échantillons étant oxydés, un nettoyage dans un bain d'acide contenant le mélange suivant : HF – HNO<sub>3</sub> – H<sub>2</sub>O (0.5 : 0.3 : 10) est nécessaire avant caractérisation, pendant 4 à 5s.

NB : En cas d'absence de cette solution, on utilise un bain simplifié contenant de l'HF dilué (1 : 10).

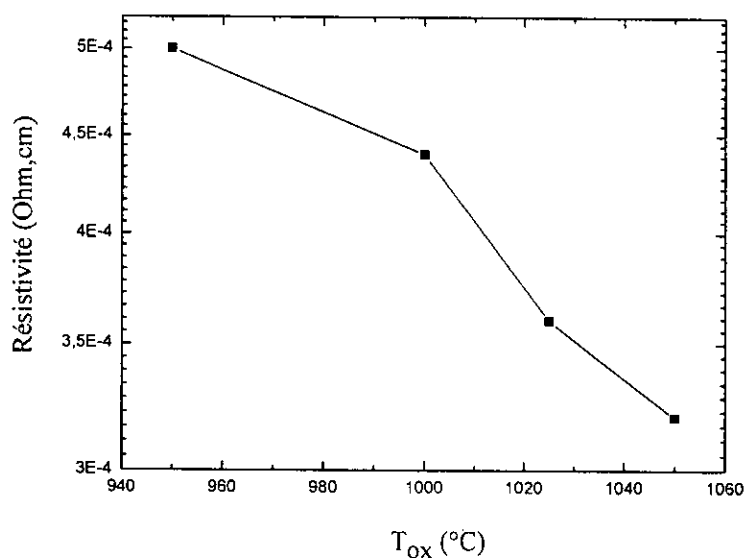
❖ *Effet de la température d'oxydation sur la résistivité :*

Le tableau ci-dessous regroupe les valeurs de la résistivité, de la mobilité et de la température d'oxydation thermique  $T_{ox}$  de nos échantillons.

$T_{ox}$ (°C)	950	1000	1025	1050
$\rho \cdot 10^{-4}$ ( $\Omega \cdot cm$ )	5	4,4	3,6	3,2
$\mu$ ( $cm^2/V \cdot s$ )	26,5	71,02	86,80	97,65

**Tableau III-1: Variation de résistivité et de mobilité en fonction de la température d'oxydation  $T_{ox}$**

La figure (III-4) montre l'effet du processus d'oxydation thermique sur l'évolution de la résistivité. En effet, il apparaît sur cette figure que la résistivité diminue nettement quand la température d'oxydation augmente.



**Figure III-4 : L'évolution de la résistivité en fonction de la température d'oxydation.**

La résistivité du polysilicium diminue et la taille moyenne des grains croît avec l'augmentation de la température de recuit [57-58]. Le recuit thermique à haute température favorise l'accroissement des cristallites (grains), ce dernier peut également donner naissance à une diminution de zones intergranulaires (joints de grains). Par conséquent, l'effet du joint

prédominant sur la résistivité expliquerait sa diminution observée. Ce qui correspond à une croissance de l'activité électrique.

La grossissement des grains induit une diminution accrue de la zones intergranulaires cela va donc :

- Réduire la hauteur de barrière de potentiel, autrement dit gêner moins de transport des porteurs d'un grain à un autre.
- diminuer les défauts pièges et des sites de ségrégation dans les joints de grain, ce qui entraîne une augmentation de la concentration des porteurs libres et de leur mobilité et par conséquence une diminution de la résistivité.

Kazmerski [59] a observé que l'activité électrique des joints de grains est augmentée par un recuit thermique, même léger, et attribue ce phénomène à la diffusion de l'oxygène vers les défauts cristallins présents aussi bien en surface que sur les joints.

On admet que la taille des grains augmente avec la température d'oxydation. L'élévation de la température dans tout mécanisme de diffusion construit à un grossissement des grains et à une diminution des contraintes internes [58]. En effet le processus élémentaire de la croissance des grains dans nos films Si- LPCVD est attribué à la diffusion des atomes de silicium à travers les joints de grains. Ainsi, sous l'effet d'une source de chaleur suffisamment puissante, des atomes de silicium peuvent migrer d'une cristallite à l'autre à travers les joints de grains, certains grains vont donc se retrouver enrichis aux dépens d'autre grains, ceci donne lieu au fusionnement de deux ou plusieurs grains, donc de deux ou plusieurs joints. En conséquence le volume total des joints de grains deviennent plus petits. L'augmentation de la taille moyenne des grains va dans le sens inverse de celle du nombre de ces grains car les uns croissent aux dépend d'autres.

La mobilité des porteurs libres (les trous) définie par :

$$\mu = \frac{1}{q\rho N_p} \quad (\text{III-7})$$

Cette équation montre que la mobilité augmente lorsque la résistivité et la concentration du dopage diminuent.

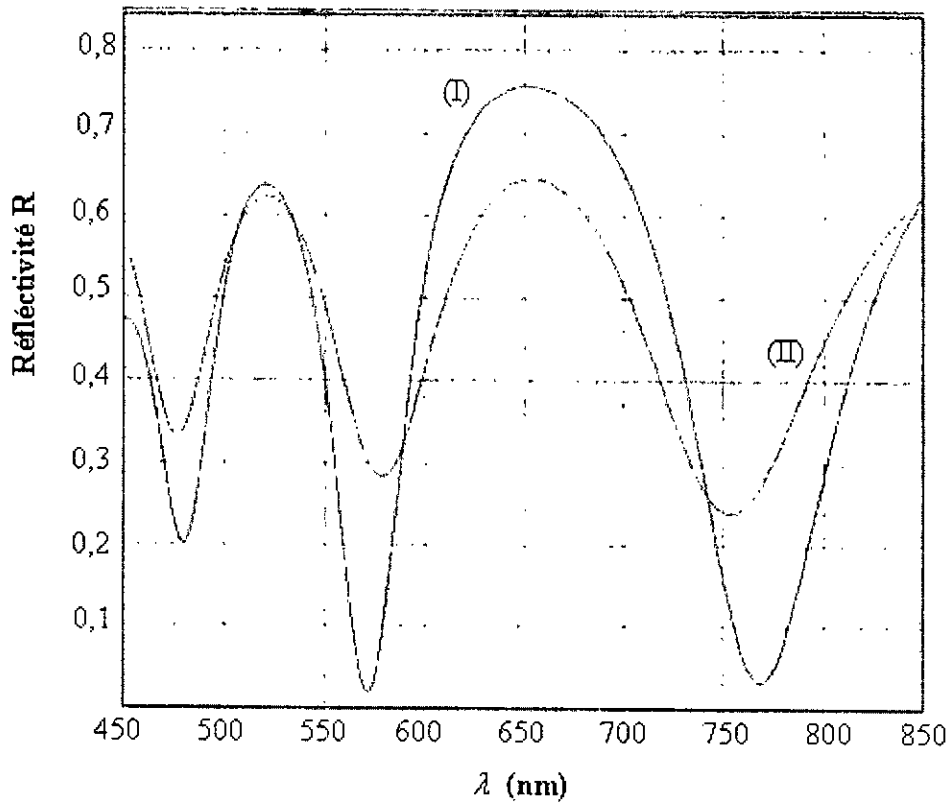
Ainsi, sur ce tableau on remarque que la mobilité augmente avec l'augmentation de la température d'oxydation.

*II-3/ Les propriétés optiques :**II-3-1/ La réflectivité :*

Les spectres de la réflectivité ont été obtenus grâce à l'utilisation du logiciel FILMeasure F20 et la gamme de longueurs d'onde analysée s'étale de 450 jusqu'à 850 nm. Sur les quatre échantillons oxydés à 950°C, 1000°C, 1025°C, et 1050°C, durant 15 min.

Les spectres du taux de réflexion pour le polysilicium fortement dopé bore in-situ sont montrés sur les figures (III- 6) : (a), (b), (c), (d), en fonction de la longueur d'onde de la lumière incidente, ces courbes sont paramétrées par la température d'oxydation.





*L'échantillon (a):*

*Couche 1 (SiO<sub>2</sub>) : 6,50 nm*

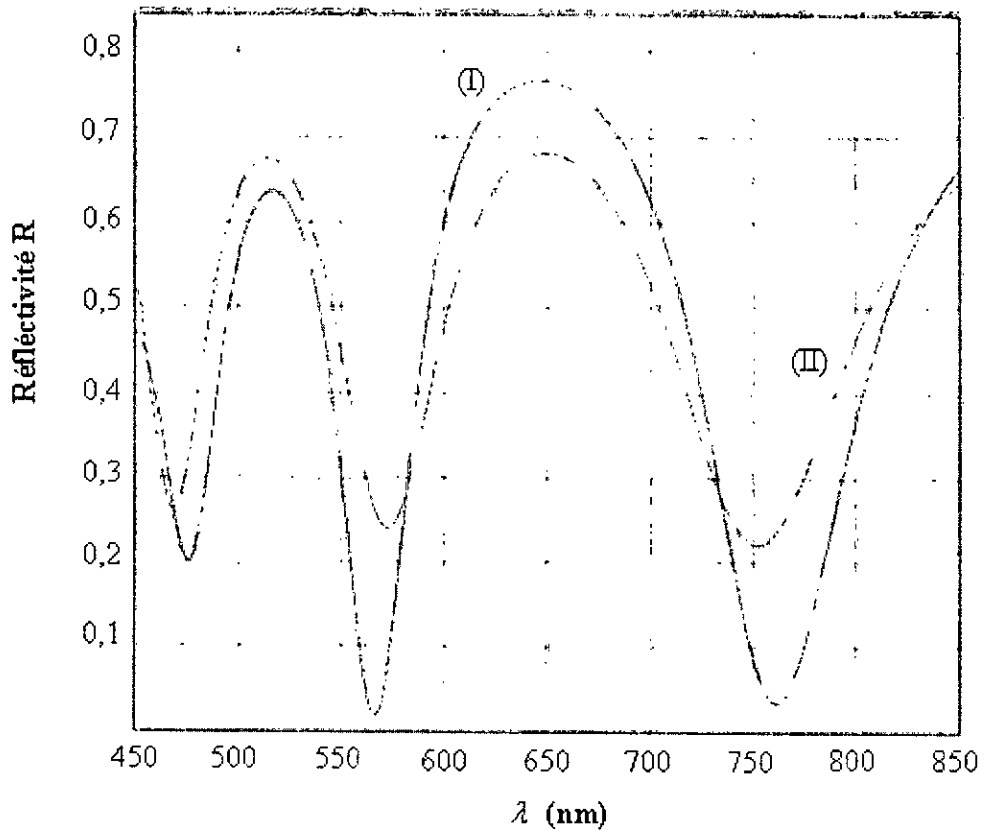
*Couche 2 (poly-Si) : 213,9 nm*

*Couche 3 (SiO<sub>2</sub>) : 1,24 nm*

*RMS Error: 0,230853*

*T<sub>ox</sub>: 950°C*

*Figure III-6(a) : Evolution du spectre de la réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour la température d'oxydation  $T_{ox} = 950^{\circ}\text{C}$ .*



**L'échantillon (b):**

Couche 1 ( $\text{SiO}_2$ ): 7,80 nm

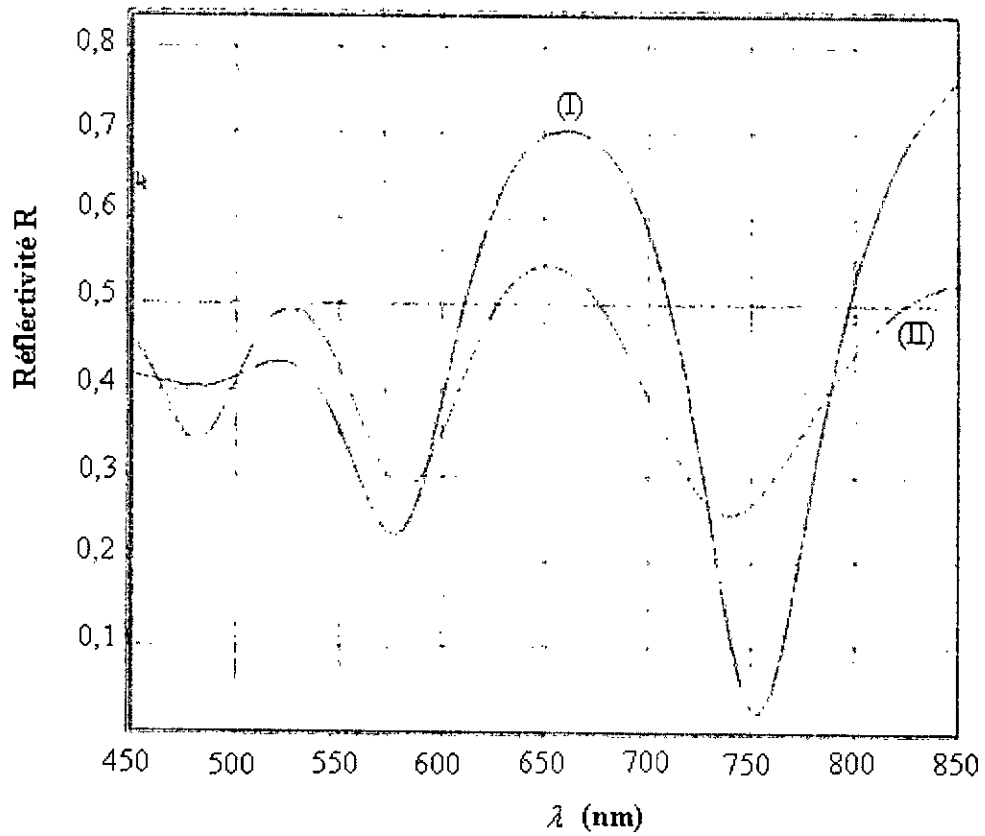
Couche 2 (poly-Si): 207,5 nm

Couche 3 ( $\text{SiO}_2$ ): 1,91 nm

RMS Error: 0,202939

$T_{ox}$ : 1000 °C

**Figure III-6(b) :** Evolution du spectre de la réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour la température d'oxydation  $T_{ox} = 1000$  °C.



**L'échantillon (c):**

Couche 1 ( $\text{SiO}_2$ ) : 0,42 nm

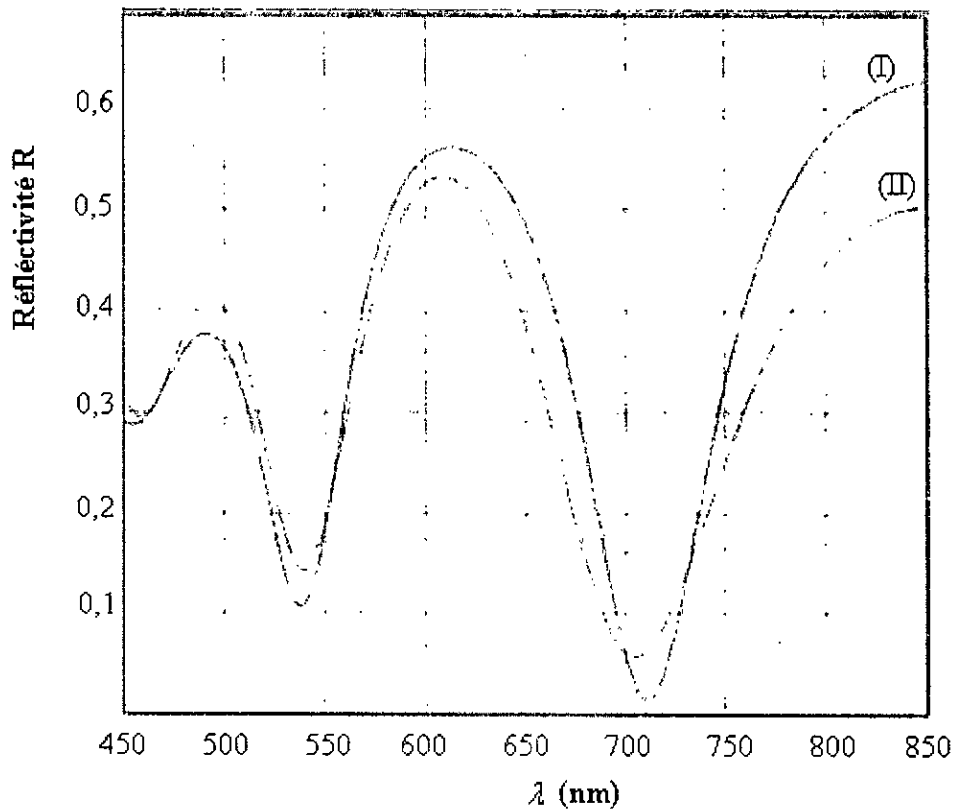
Couche 2 (poly-Si): 289,3 nm

Couche 3 ( $\text{SiO}_2$ ): 0,14 nm

RMS Error: 0,212937

$T_{ox}$  : 1025°C

**Figure III-6(c) : Evolution du spectre de la réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour la température d'oxydation  $T_{ox} = 1025^\circ\text{C}$ .**



**L'échantillon (d):**

Couche 1 ( $\text{SiO}_2$ ): 3,48 nm

Couche 2 (poly-Si): 267,6 nm

Couche 3 ( $\text{SiO}_2$ ): 1,77 nm

RMS Error: 0,140263

$T_{\text{ox}}$ : 1050°C

**Figure III-6(d) : Evolution du spectre de la réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour la température d'oxydation  $T_{\text{ox}} = 1050^\circ\text{C}$ .**

Les figures précédentes montrent l'effet du processus d'oxydation thermique sur l'évolution de la réflectivité en fonction de la longueur d'onde, on peut observer une similitude entre les spectres calculés (simulés) et les spectres expérimentaux, avec la ligne (I) étant le spectre expérimental et la ligne (II) étant le spectre calculé (simulés).

On remarque tout d'abord (cf. chapitre II) que la réflectivité est une fonction sinusoïdale au cosinus compris entre 0 et 1. Donc la réflectivité peut changer presque de zéro à un. On observe que les mesures de la réflectivité servent de base à la détermination d'épaisseur due aux modèles d'interférence provoqués par la réflexion du faisceau au loin de deux interfaces, à savoir l'avant et sous des surfaces des films de polysilicium. Les photons de certaines longueurs d'onde s'y mêlent de manière constructive tandis que d'autres longueurs d'onde interfèrent nuisiblement avec pour résultats du minimum relatif et maximum basés sur l'épaisseur de film et l'indice de réfraction [39].

La réflectivité relative en fonction de la longueur d'onde pour le polysilicium et pour le monosilicium est présentée dans la figure (III-7). On peut voir que la réflectivité de la couche de polysilicium est globalement inférieure par rapport à celle du silicium monocristallin. Ceci indique une transmission accrue qui est une condition importante pour l'application en tant que couche active dans des dispositifs photovoltaïques.

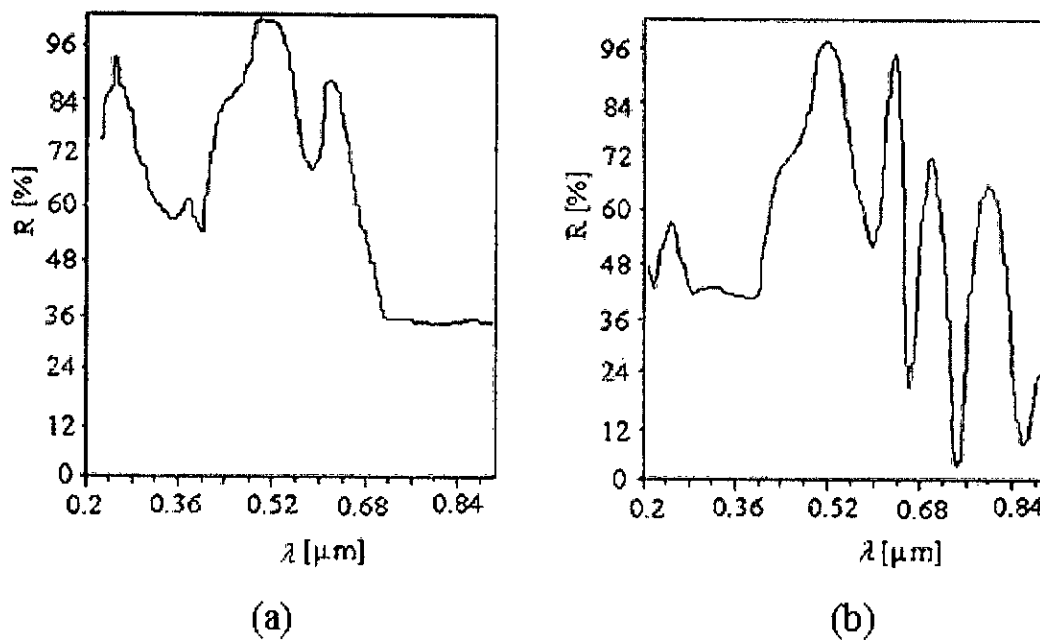


Figure III-7 : Caractéristique spectrale de réflectivité : (a) pour le silicium monocristallin (m-Si) ; (b) pour le silicium polycristallin (p-Si) [55].

Les spectres de réflectivité obtenus montrent que les films oxydés à une température d'oxydation comprise entre 950°C et 1000°C présentent une valeur maximale de réflectivité  $R_{\text{Max}} = 0,75$  (75%) située à la longueur d'onde  $\lambda = 650$  nm, et une valeur minimale  $R_{\text{min}} = 0,02$  (2%) à  $\lambda = 567$  et 565 nm respectivement.

En augmentant la température d'oxydation ; on observe que ces deux valeurs décalent vers les longues longueur d'onde, on trouve que pour les échantillons de  $T_{\text{ox}} = 1025^\circ\text{C}$  et  $1050^\circ\text{C}$ , les valeurs de  $R_{\text{Max}}$  devient 0,75 et 0,63 respectivement situés à la même longueur d'onde  $\lambda = 850$  nm ; alors que pour les valeurs minimale elle se décale vers  $\lambda = 752$  nm et  $\lambda = 720$  nm respectivement en conservant la même valeur ( $R_{\text{min}} = 0,02$ ).

Après oxydation thermique à différentes températures ; on remarque sur les mêmes figures la présence du deux pics, qui sont dûs aux transitions interbande, dans lesquelles un électron passe d'un état donné de valence vers un état donné de conduction. La présence des deux pics montre que les échantillons sont polycristallins. Ainsi, on observe que pour des faibles longueurs d'ondes, la réflectivité diminue lorsque la température d'oxydation augmente. De plus, l'oscillation diminue avec l'oxydation thermique, néanmoins les films plus épais montrent un plus grand nombre d'oscillations dans une gamme de longueurs d'onde donnée.

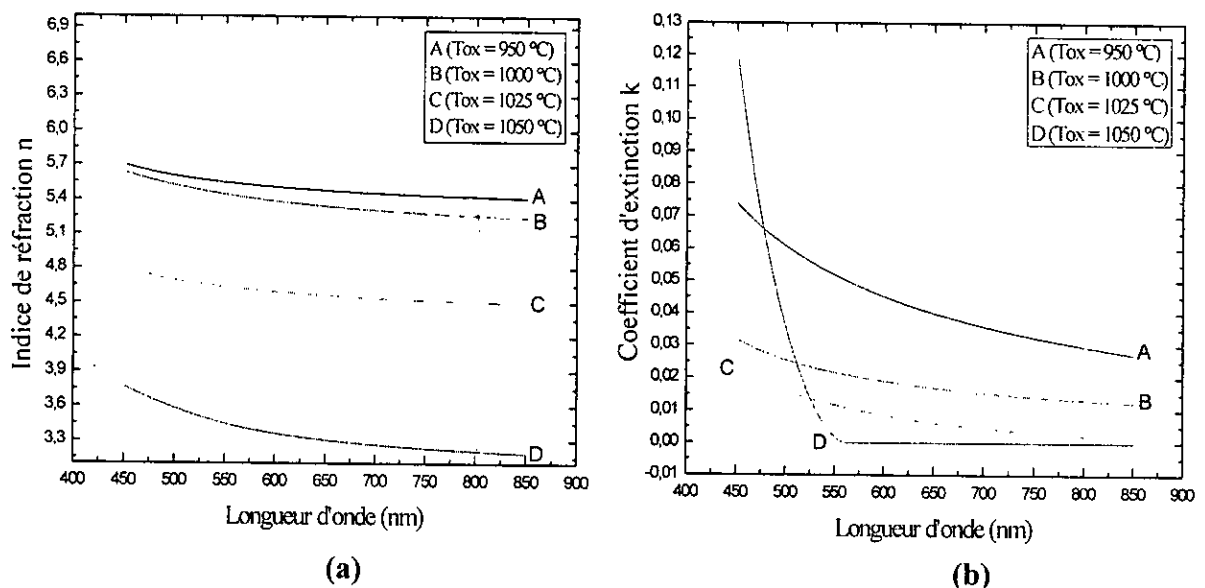
La comparaison de nos résultats avec les données de la littérature (figure III-7) montre que le maximum de la réflectivité pour les films poly-Si de nos échantillons environ de 0,75 (75%). Cependant dans la littérature on trouve :  $R_{\text{Max}} = 0,96$  (96%) et le minimum a été presque le même pour les deux cas (0,02 ou 2%). Par contre, dans les films monosilicium, le maximum devient supérieure à celui du polysilicium ( $R_{\text{Max}} = 0,98$  (98%)) et le minimum de la réflectivité reste supérieure à celle des poly-Si, pour les quatre température d'oxydation ( $R_{\text{min}}$  (mono-Si) = 36%). Cette variation de réflectivité peut être expliquée par la structure du polysilicium qui est composée de grains de silicium monocristallin de grande taille et d'orientations différentes [12].

Les variations de la réflectivité avec la longueur d'onde et la température d'oxydation peuvent également être liées à la morphologie de la surface (sa rugosité) ou à la formation d'une couche d'oxyde car les manipulations se font à l'air libre. Ainsi, à cause de l'épaisseur de la couche limitée, une part non négligeable de photons, ayant néanmoins l'énergie requise, traverse l'épaisseur de la structure sans être absorbés [5, 60].

### II-3-2/ L'indice de réfraction $n$ et le coefficient d'extinction $k$ :

Les propriétés optiques de n'importe quel matériau peuvent être décrites par l'indice de réfraction complexe,  $N = n - ik$ , où  $n$  l'indice de réfraction et  $k$  est le coefficient d'extinction. Tous les deux dépendent de la longueur d'onde de la lumière. Elles dépendent également de la température, de la structure cristalline, de niveaux de dopage et d'impureté [47, 61].

La figure III-8 : (a) et (b) représente la variation de l'indice de réfraction  $n$  et le coefficient d'extinction  $k$  des films de polysilicium déposés par LPCVD en fonction de la longueur d'onde  $\lambda$  (nm) pour différentes températures d'oxydation.



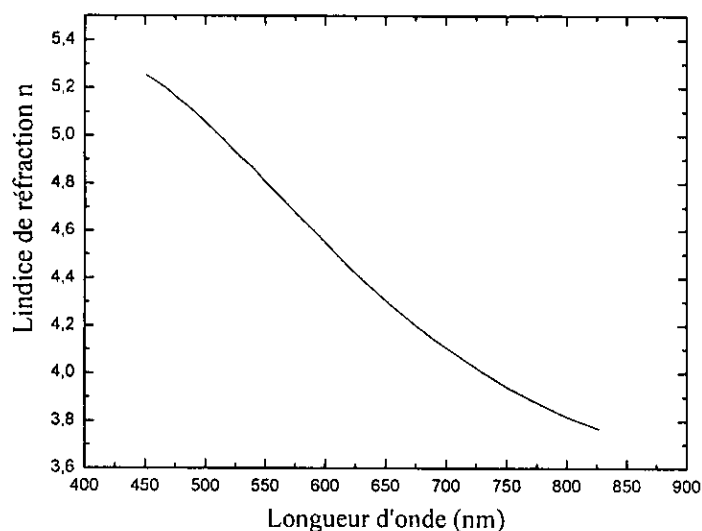
**Figure III-8 : l'évolution de l'indice de réfraction  $n$  de coefficient d'extinction  $k$  en fonction de la longueur d'onde  $\lambda$  (nm) des films de silicium polycristallin.**

Nos résultats sont cohérents avec la littérature [33, 37] et présentent les mêmes tendances. Ces mêmes travaux, montrent que les deux paramètres optiques (l'indice de réfraction et le coefficient d'extinction) diminuent avec l'augmentation de la longueur d'onde.

Pour une variation de la température d'oxydation, on remarque aussi sur les mêmes figures que, les deux constantes ( $n$  et  $k$ ) diminuent lorsque la température d'oxydation augmente. Ainsi, le coefficient d'extinction  $k$  est plus faible dans le visible que dans le domaine de l'UV, et tend vers zéro dans le domaine de l'IR.

L'indice de réfraction diminue avec l'augmentation de la longueur d'onde (figure : III-8 (a)). Cette diminution est attribuée à l'interaction de la lumière avec les porteurs libres [39].

On donne à titre indicatif sur la figure (III-9) l'évolution du spectre de l'indice de réfraction  $n$  d'un film de silicium amorphe. En effet ; on observe que l'indice  $n$  diminue avec l'augmentation de la longueur d'onde comme dans le cas d'un film de silicium polycristallin.



**Figure III-9 : La variation de l'indice de réfraction  $n$  en fonction de la longueur d'onde d'un film de silicium amorphe [62].**

Les mesures de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde dans l'intervalle [450–850 nm] montrent d'une façon générale une diminution nette. Ainsi, on remarque que la valeur de  $n$  dans le poly-Si est identique à celle de l'amorphe, elle est comprise entre 5,3 et 5,7 pour les deux température d'oxydation : 950°C et 1000°C. Par contre, elle devient inférieure pour  $T_{ox} = 1025^\circ\text{C}$  et  $T_{ox} = 1050^\circ\text{C}$ . Le domaine de variation de  $n$  est de 4,7 à 3,7.

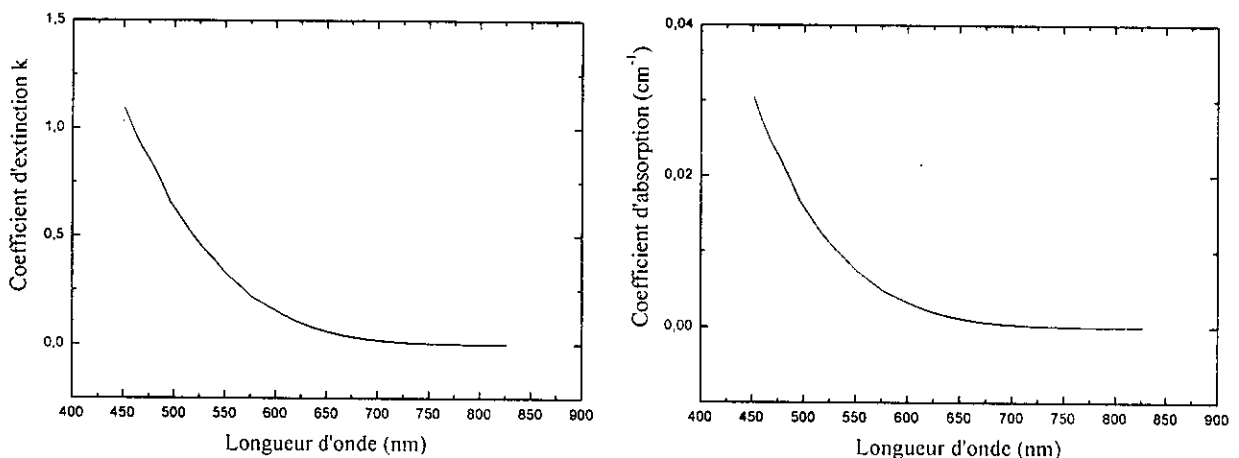
#### **II-3-3/ Coefficient d'absorption $\alpha$ :**

Sur la figure (III-10) nous avons reporté les variations du coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde dans le domaine [450–850 nm], pour les températures d'oxydations comprises entre 950°C et 1050°C.



La figure ci-dessous représente la variation de coefficient d'extinction  $k$  et d'absorption en fonction de la longueur d'onde d'un film de silicium amorphe, où on observe que les deux constantes ( $k$  et  $\alpha$ ) diminuent avec l'augmentation de la longueur d'onde, et ils sont nulle dans le domaine de IR.

On remarque également que les valeurs de  $n$ ,  $k$  et  $\alpha$  sont plus grandes dans le silicium amorphe que dans le silicium polycristallin. Ce qui est conforme avec les résultats dans la littérature. Où on trouve que la valeur de  $\alpha$  dans les films polysilicium reste inférieure à celle des films de silicium amorphe dans tous les cas, le domaine de variation de  $\alpha$  dans le polysilicium est de 0 à  $0,34 \cdot 10^{-2} \text{ cm}^{-1}$ . Alors que dans le silicium amorphe, elle comprise entre 0 et  $4 \cdot 10^{-2} \text{ cm}^{-1}$ .



**Figure III-11 : Variation de coefficient d'extinction  $k$ , et de coefficient d'absorption  $\alpha$  en fonction de la longueur d'onde d'un film de silicium amorphe [62].**

#### **II-4/ Discussion :**

La diminution des constantes optiques (l'indice de réfraction  $n$  et le coefficient d'extinction  $k$ ), ainsi que le coefficient d'absorption  $\alpha(\lambda)$ , peut être expliqué par l'existence de l'absorption des porteurs libres, dans laquelle l'énergie de photon est absorbée par les porteurs libres dans les bandes de conduction ou de valence, et également par l'interaction avec les impuretés, et les défauts. L'indice de réfraction et le coefficient d'absorption sont peu sensibles aux impuretés dans la région du visible [33]. L'effet de la variation microstructurale et/ou de la rugosité surfacique est à prendre également en compte dans l'évolution des constantes optiques. D'ailleurs, les couches minces du silicium polycristallin déposées par

LPCVD sont connues pour montrer une rugosité extérieure significative et une variété de modifications structurales qui peut avoir un effet significatif sur leurs propriétés optiques.

Les constantes optiques du polysilicium sont différentes de ceux du silicium monocristallin en raison de la présence des frontières de grain [17, 37, 39, 51, 54, 60]. L'indice de réfraction est légèrement plus élevé et le coefficient d'extinction plusieurs fois plus grand que ceux du silicium monocristallin aux longueurs d'onde plus courtes. Cependant, la caractéristique du polysilicium dépend en grande partie de la structure de grain résultant de différents états de dépôt [47].

### III/ Conclusion :

L'étude rapportée dans ce chapitre permet de comprendre l'effet des conditions de dépôt (particulièrement température) et de traitement thermique (oxydation thermique) sur les propriétés structurales, électriques et optiques des films de silicium polycristallin déposés par LPCVD fortement dopé in-situ bore.

Les propriétés électriques des couches de silicium polycristallin sont dominées par l'effet de la microstructure du matériau. Cette dépendance peut, dans certains cas, être exploitée tandis que, dans d'autres cas, elle est néfaste pour les performances. Une compréhension de la relation qui lie la microstructure aux propriétés électriques est, par conséquent, essentielle.

La microstructure influence également sur les propriétés optiques, en particulier pour les films minces de polysilicium ou de silicium amorphe. Les différences dans les propriétés optiques de polysilicium et monosilicium sont principalement causés par la présence des frontières de grain, qui affecte la forme de l'absorption.

## *Conclusion générale*

Ce mémoire est consacré à l'étude des propriétés structurales, électriques et optiques des films de silicium polycristallin. Nous avons été amenés à nous intéresser à l'évolution des paramètres liés à ces propriétés tels que : la taille des grains, la résistivité, la réflectivité, l'indice de réfraction, le coefficient d'extinction et le coefficient d'absorption. Ainsi que leur évolution avec les conditions expérimentales, en particulier (la température de dépôt, la température d'oxydation, la rugosité,...), et plus précisément, nous avons montré l'influence de l'oxydation thermique sur les comportements électriques et optiques de ces films.

Après avoir passé en revue les propriétés structurales, électriques et optiques du silicium polycristallin ainsi que leur évolution avec les conditions de dépôt, en particulier (température de dépôt), et des traitements thermiques (oxydation thermique). Les principaux résultats obtenus peuvent être résumé comme suit :

- L'analyse par DRX de la série des échantillons montre l'évolution de trois pics de diffraction ( $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 220 \rangle$ ,  $\langle 311 \rangle$ ) caractéristique de la structure cristallin de c-Si. Ces pics confirment que les films deviennent polycristallins.
  
- Le coefficient d'absorption du silicium amorphe, polycristallin et monocristallin varie sensiblement de la même manière avec la longueur d'onde. Ainsi, l'absorption optique dépend non seulement de la structure cristallographique du matériau mais aussi de ses conditions de préparation ainsi que de son histoire thermique.
  
- Les films de polysilicium subissent typiquement une ou plusieurs oxydations à hautes températures au cours des processus (par exemple, dopage, oxydation thermique, recuit) après dépôt. Ces processus à hautes températures peuvent causer la recristallisation des grains de polysilicium menant à une réorientation du film et

à une augmentation significative de la taille de grain moyenne. En conséquence, la rugosité de surface de polysilicium augmente avec l'augmentation de la taille de grain.

- Les défauts et surtout les joints de grains inévitablement présents dans le poly-Si ont pour conséquence une réduction notable des performances électriques des composants photovoltaïques par rapport à ceux réalisés sur c-Si. La neutralisation de l'activité électrique de ces défauts est donc indispensable pour réduire la différence des caractéristiques électriques.
  
- Nous remarquons tout d'abord que, les caractéristiques optiques et électriques des films de silicium polycristallin dépendent énormément de la microstructure et de façon très sensible des conditions de dépôt et ainsi que des traitement thermiques qu'il a subi au cours de sa préparation.
  
- Les résultats de cette étude ont montré que les caractéristiques de ces dépôts sont étroitement liées aux conditions expérimentales sous lesquelles s'effectue le traitement d'oxydation.

## *Références bibliographiques*

- [1] M. Eллиq, « Cristallisation et dopage laser du silicium amorphe application à la fabrication de transistor MOS en couche minces en silicium polycristallin », Thèse de Doctorat de L'université de Louis Pasteur de Strasbourg, N° d'ordre 1848/94, (1994).
- [2] M. Hirose, M. Taniguchi, and Y. Osaka; *J. Appl. Phys.* 50 (1), January (1979).
- [3] Lanhua Wei, Mark Vaudin, Cheol. Song Hwang, and Grady White; Jason Xu and Andrew J. Steckl; *Materials Research Society*, Vol. 10, No. 8, (1995).
- [4] M. Modreanu, N. Tomozeiu, Mariuca Gartner, P. Cosmin; *Thin Solid Films*, 383, (2001), 254-257.
- [5] Jean. François Lelievre; « Elaboration de  $\text{SiN}_x$  : H par PECVD : optimisation des propriétés optiques, passivantes et structurales pour applications photovoltaïques » ; thèse de doctorat, L'institut national des sciences appliquées de Lyon, (2007).
- [6] M. Zaghdoudi, M. Fathallah, T. Mohammed-Brahim, R. Rogel, M. M. Abdelkrim *Materials Science and Engineering C* 26 (2006) 177–180.
- [7] P. Petrik, T. Lohner, M. Fried, L. P. Biro, N. Q. Khanh, and J. Gyulai; W. Lehnert and C. Schneider; H. Ryssel; *J. Applied Physics* Vol. 87, N. 415, (2000).
- [8] Pierre. Temple. Boyer : « Développement des matériaux dans le cadre des microtechnologies ». Thèse de doctorat, Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes du CNRS. Toulouse (France), (2004).
- [9] M. Dumonteuil « Solution générique pour l'adressage matriciel de micro-actionneurs thermiques et optimisation de micro-sources thermiques » ; thèse de doctorat ; Université Paul Sabatier - Toulouse III ; (2006).
- [10] G. Lubberts, B. C Burkey, F. Moser, and E. A. Trabka; *J. Appl. Phys.* 52 (11), November (1981).
- [11] L.Pichon, A. Mercha, R. Garin, T. Mohammed Brahim, O. Bonnaud, Y. Helen; *Solid State electronics* 46, (2002), 459 - 466.

- [12] Emmanuel Jordana « Conception, réalisation et caractérisation de grilles en silicium polycristallin déposé amorphe à basse température et dopé bore in situ » ; thèse de doctorat ; Université Paul Sabatier de Toulouse ; (2005).
- [13] R. Coq Germanicus, E. Picard, B. Domenges, K. Danilo, R. Rogel; Applied Surface Science, 253, (2007), 6006 – 6012.
- [14] P. J. French; Sensors and Actuators A. 99, (2002), 3-12.
- [15] A. Sayah, G.-A. Racine : « Travaux pratiques en salle blanche ». École Polytechnique, Fédérale De Lausanne (2002).
- [16] Frédéric. Mazen « Etude de la nucléation et de la croissance de nanocristaux de silicium élaborés par dépôt chimique en phase vapeur pour dispositifs nanoélectroniques ». Mémoire de doctorat, Laboratoire de Physique de la matière de l'INSA-Lyon, (2003).
- [17] P. Munster, « Silicium intrinsèque et dopée in situ déposée amorphe par SAPCVD puis cristallisé en phase solide », Thèse de Doctorat, Université de Rennes 1, N° : 2543, (2001).
- [18] Madi. Djamel : «Adaptation d'un modèle théorique pour simuler l'oxydation thermique sèche du silicium polycristallin » ; thèse de magistère ; université de Bejaia, (2002).
- [19] Pandraud. Guillaume : « Étude expérimentale et théorique de microcaloducs et technologie silicium.», Thèse de doctorat : Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, [03/01/2006] ; chapitre ; 2 et 3, (2004).
- [20] Pierre. Temple Boyer : « Nouveaux procédés d'optention d'oxynitride de silicium » ; thèse de doctorat ; Toulouse ; (1995).
- [21] N. Chabou : « influence de l'oxydation thermique sur les propriétés électriques du silicium polycristallin LPCVD, fortement dopé in-situ bore » ; thèse de magistère ; université de Jijel ; (2003).
- [22] Chenoufi. Hakim : «optimisation du procédé technologique de réalisation du cellule solaire par la technique de diffusion. ». Mémoire de magistère, université de Batna, (2005).
- [23] Johan F. A. Nijs : « Advanced Silicon and Semiconducting Silicon-Alloy Based Materials and Devices » ; CRC Press, p-488, (1994).
- [24] Herve Lhermite ; thèse de doctorat, Université de renne, (1988).
- [25] K. C. Sarawat; « Physical and electrical properties of polysilicon thin films » ; Grain boundaries in semiconductors, Editors: Leamy/Pike/Seager, Vol. 5, p. 261-274, (1982).

- [26] N. Tomozeiu, S. Antohe, M. Modreanu; *Optoelectronics and Advanced Materials* Vol. 2, No. 5, (2000), p.657-663.
- [27] R. Angelucci, M. Severi and S. Solmi; *Materials Chemistry and Physics*, 9, (1983), 235-245.
- [28] M. Amrani, N. Benseddik, Z. Benamara, R. Menezla, M. Chellali, S. Tizi, T. Mohammed-Brahim; *Materials Science and Engineering B* 121, (2005), 71–76.
- [29] J. Müllerová, P. Sutta, S. Jurecka: « Characterization of the amorphous to polycrystalline transition with nano-size grains in PECVD growth of Si-H –optical and structural properties»; *First International Workshop on Semiconductor Nanocrystals*; September 10-12, (2005), Budapest, Hungary.
- [30] M. Marazzi, M. E. Giardini, A. Borghesi, A. Sassella, M. Alessandri, G. Ferroni ; *Thin Solid Films* 296 (1997) 91-93.
- [31] Y. Mishima, M. Hirose, and Y. Osaka; *J. Appl. Phys.* 51(2), February (1980).
- [32] R. C. Teixeira, I. Doi, J .A. Diniz, J. W. Swart, M. B. P. Zakia; *Materials Science and Engineering B.* 112, (2004), 160 – 164.
- [33] Y. Laghla, E. Scheid, *Thin Solid Films* 306 (1997) 67-73.
- [34] D. T. Pierce, W. E. Spicer, *Phys. Rev. B*5 (1972) 3017.
- [35] Bianchi. Raúl-Andrés : « Techniques de conception des circuits intégrés analogiques pour des applications en haute température, en technologies sur substrat de silicium » ; Thèse de doctorat, L'institut national des sciences appliquées de Lyon, (1999).
- [36] Maria P. Gutiérrez, Haiyong Li, Jeffrey Patton: «Thin Film Surface Resistivity»; (2002).
- [37] Theodore. I. Kamins: « Polycrystalline Silicon for Integrated Circuits and Displays », Springer: Kluwer Academic Publishers; (1998).
- [38] Ellip. New: « Optical Thin Film Measurement ». Copyright (1998) Filmetrics, Inc., San Diego, CA. (2003).
- [39] Justin Bradley Dorhout: « Characterization of polycrystalline silicon films grown by LPCVD of silane », Iowa State University, (2006).
- [40] Filmetrics F20: « Thin-Film Measurement System »Revision 2.2.7, Copyright (2000) by Filmetrics, Inc.

- [41] Ricardo. Cotrin. Teixeira, Ioshiaki. Doi, Maria. Beny. Zakia, Jacobus. Willibrordus. Swart, José. Alexandre. Diniz; *Microsystems Design*, Vol. 19, 63; COBEM (2001).
- [42] M. Kubinyi, N. Benk, A. Grofcsik, W. Jeremy Jones; *Thin Solid Films* 286 (1996) 164 – 169.
- [43] M. Modreanu, M. Bercu, C. Cobianu; *Thin Solid Films*, 383, 212-215, (2001).
- [44] B. J. Lee and Z. M. Zhang, E. A. Early, D. P. De Witt, and B. K. Tsai; *Thermophysics and heat transfer*, Vol.19, No.4, October–December (2005).
- [45] Dinesh Prasad Joshi and Ram Sahai Srivastava; *IEEE Transactions on electron devices*, Vol. ED-31, No. 7 July (1984).
- [46] R. E. Jones, Jr. and S. P. Wesolowski; *J. Appl. Phys.* 56 (6), 15 September (1984).
- [47] Aziz. Fouad : « Caractérisation électrique et extraction, par la méthode de la température, de la densité d'états piéges dans les transistor en couches minces de silicium polycristallin »; Mémoire de magister, université de Sidi-Bel-Abbès, (1995).
- [48] M. Khatalis, D. W. Gerve: « large grain polycrystalline silicon by low-temperature annealing of low pressure chemical vapor deposited amorphous silicon film »; *J. Appl phy*, 63, (1988), 7.
- [49] Benatmane. Abderrazzaq : « Développement de la microscopie interférométrique pour une meilleure analyse morphologique des couches minces et épaisses des matériaux semiconducteurs et optiques » ; Thèse de doctorat ; l'Université Louis Pasteur – Strasbourg I (2002).
- [50] Mohammad M. Mandurah, Krishna C. Saraswat and Theodore I. Kamins; *IEEE Transactions on electron devices*, Vol.ED-28, No.10, October (1981).
- [51] D. Meakin, J. Stoemenos, P. Migliorato, N. A. Economou; *J. Appl.Phys.* 61, (1987), 5031.
- [52] D. Meakin, K. Papadopoulou, S. Friligkos, J. Stoemenos, P. Migliorato, N. Economou ; *J. Vac Sci. B5*, (1987), 1547.
- [53] T.W. Ng, T.W.Teo, P. Rajendra; *Optics and Lasers in Engineering* 35 (2001) 1- 9.
- [54] G. D. Robertson, JR. R. Baron, P. K. Vasudev, O. J. Marsh ; *J. Grystal Growth.* 68, (1984), 691.



- [55] Fred. Roozeboom: « Advances in Rapid Thermal and Integrated Processing »; Boston: Kluwer Academic Publishers; (1996).
- [56] Won-Ju Cho, Eung-Soo Kim, Jun-Jin Kang, Kwan-Goo Rha, and Hong-Seok Kim; Solid State Electronics, Vol. 42, N° 4, pp. 557 – 566, (1998).
- [57] B. Birouk; « Etude modélisation de l'effet des traitements thermiques d'oxydation sèche des films minces Si-LPCVD fortement dopés in-situ au bore » ; thèse d'état, mai (1999), Université de Constantine.
- [58] Nichiporuk Oleksiy : « Simulation, fabrication et analyse de cellules photovoltaïques à contacts arrières interdigités » ; thèse de doctorat, L'institut national des sciences appliquées de Lyon, (2005).
- [59] L. L. Kazmerski, J. Vac. Sci. Technol. 20, (1982), 423.
- [60] Patrick Nguyen: « Optimisation du catalyseur supporté sur  $\beta$ -SiC pour la réaction d'oxydation directe de l' $H_2S$  en soufre élémentaire, du laboratoire à l'industrie » ; thèse de doctorat, L'institut national des sciences appliquées de Lyon, (2006).
- [61] A. R. Forouhi: « Optical functions of LPCVD a-Si »; EMIS Datareview, RN = 19035, June (1988).
- [62] Fatima. Abdo : « Croissance de couches minces de silicium par épitaxie en phase liquide à basse température pour applications photovoltaïques » ; thèse de doctorat ; L'institut des Nanotechnologie de Lyon (INL) à l'INSA de Lyon, (2007).
- [63] N. C. C. Lu, C.Y. Lu, M. K. Lee, C. C. Shih, and C. S. Wang, W. Reuter, T. T. Sheng; J. Electrochem. Soc, April (1984).
- [64] Archibald L. Fripp, J; IEEE Transactions on Parts, Hybrids, and Packaging, September (1975).
- [65] Elena. Budianu, Munizer. Purica, Elena. Manea, Emil. Rusu, Raluca. Gavrilă, Mihai. Danila, Solar Energy Materials & Solar Cells 72 (2002) 223–229.

## **Abstract:**

In the present work we studied the main electrical and optical properties of polycrystalline silicon deposited by LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition) from silane ( $\text{SiH}_4$ ) heavily boron-doped, they were developed in industrial furnaces under isothermal low pressure ( $P = 400 \text{ mTorr}$ ) to the temperature ( $T_d = 605^\circ\text{C}$ ). The high concentration of boron ( $2 \cdot 10^{-20} \text{ cm}^{-3}$ ) was obtained by in-situ decomposition of gaseous mixture ( $0.1 \text{ l/min SiH}_4 + 0.09 \text{ l/min 3\% BCl}_3\text{-N}_2$ ).

The main results in this study are summarized in the following points:

The treatment oxidation by its effect on the sample annealed is a very influential on the structural properties, which depends on the electrical behavior of the material.

The evolution of the resistivity is clearly dependent on the oxidation process, in addition to the conditions of the preparation of the samples.

Analysis of the spectra of reflectivity has highlighted a significant effect on the thinking of the material, coupled with the thermal oxidation temperature and thickness of the films.

**Key words:** thin films, polysilicon, Thermal oxidation, LPCVD

## ملخص الأطروحة

من خلال هذه الأطروحة، قمنا بدراسة الخواص الكهربائية والضوئية للشرائح الرقيقة للسيليسيوم المتعدد البلور؛ حيث قمنا بترسيب عينات هذا الأخير بطريقة LPCVD إنطلاقاً من السيلان ( $\text{SiH}_4$ ) مطعم بنسبة عالية بالبور، تحت ضغط منخفض (400 mtorr) ودرجة حرارة ( $T_d = 605$  درجة مئوية). يقدر تركيز البور ( $2 \cdot 10^{-20} \text{ cm}^{-3}$ ) المتحصل عليه من المركب الغازي : ( $0.1 \text{ l/min SiH}_4 + 0.09 \text{ l/min 3\% BCl}_3\text{-N}_2$ ).

أهم النتائج المتحصل عليها من خلال هذه الدراسة يمكن تلخيصها في النقاط التالية:

المعالجة عن طريق الأكسدة، لها تأثير كبير على البنية المجهرية للعينة، و التي بدورها تعتمد على السلوك الكهربائية للمادة.

تطور المقاومة يوضح جلياً ارتباطها بعملية الأكسدة ، بالإضافة إلى شروط تحضير العينات.

تحليل أطياف الانعكاسية، يبيّن مدى تأثير درجة حرارة الأكسدة و سمك العينة على انعكاس الضوء للمادة.

الكلمات المفتاحية : شرائح رقيقة ، السيليسيوم متعدد البلور، الأكسدة الحرارية، LPCVD.

## Résumé:

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressés à l'étude des principales propriétés électriques et optiques du silicium polycristallin déposé par LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition) à partir de silane ( $\text{SiH}_4$ ) fortement dopé bore, Ils ont été élaborés dans des fours industriels isothermes sous faible pression ( $P = 400$  mTorr) à la température ( $T_d = 605^\circ\text{C}$ ). La forte concentration en bore ( $2 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ ) a été obtenue in-situ par décomposition du mélange gazeux ( $0,1$  l/min  $\text{SiH}_4 + 0,09$  l/min 3%  $\text{BCl}_3\text{-N}_2$ ).

Les principaux résultats obtenus dans cette étude se résument aux points suivants :

Le traitement d'oxydation, par son effet de recuit sur l'échantillon, est un traitement très influent sur les propriétés structurales, dont dépend le comportement électrique du matériau.

L'évolution de la résistivité apparaît nettement dépendante du processus d'oxydation, en plus des conditions de l'élaboration des échantillons.

L'analyse des spectres de réflectivité a mis en exergue, un effet important sur la réflexion du matériau, associé à la température d'oxydation thermique et à l'épaisseur des films.

Mots clés: couches minces, polysilicium, oxydation thermique, LPCVD